

## RESUMEN

Este proyecto trata sobre el efecto que produce la técnica de agudización para generar una grieta natural en un polímero. El objetivo final de conseguir una entalla natural es calcular los parámetros que determinan la resistencia a la fractura del material.

Los métodos de agudización que se tratan son el sliding, pressing y tapping que marca la normativa de aplicación ISO 13586-1.

Se ha realizado también la agudización de las muestras por ablación con femtoláser, un método novedoso que permite la obtención de buenas entallas según los estudios realizados hasta el momento.

Para obtener valores que permitan la discusión de los diferentes métodos de agudización, se han realizado ensayos para determinar la tenacidad a la fractura en el inicio de propagación de la grieta de los distintos materiales ensayados. Se ha trabajado en el campo de mecánica a la fractura lineal elástica utilizando el ensayo de flexión tipo SENB.

Para observar la afectación de la viscoelasticidad que presentan los materiales plásticos en los métodos de agudización, se han realizado ensayos a velocidades de aplicación de carga de 1 mm/s y 1 m/s.

Los materiales ensayados son polímeros de altas prestaciones conformados por inyección, que presentan dificultad a ser agudizados; la polisulfona (PSU), el Copoliéster de Polietilentereftalato Glicol (PETG) y el Sulfuro de polifenileno (PPS) con un 40% de fibra de vidrio de carga.





# SUMARIO

<b>RESUMEN .....</b>	<b>1</b>
<b>SUMARIO .....</b>	<b>3</b>
<b>1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>7</b>
1.1. Introducción general .....	7
1.2. Objetivos .....	8
1.3. Alcance .....	8
1.4. Antecedentes .....	8
<b>2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....</b>	<b>11</b>
2.1. Lineal Elastic Fracture Mechanics (LEFM) .....	11
2.1.1. Requisitos para aplicar la LEFM .....	12
2.2. $K_{IC}$ y $G_{IC}$ .....	15
2.2.1. Introducción .....	15
2.2.2. Tenacidad a fractura .....	16
2.2.3. Energía de fractura .....	18
2.3. Ensayo tipo SENB .....	23
2.4. Entallas .....	25
<b>3. MATERIALES .....</b>	<b>27</b>
3.1. Polisulfona (PSU) .....	27
3.2. Sulfuro de polifenileno (PPS) .....	28



3.3. Copoliéster de Polietilentereftalato Glicol (PETG) .....	29
3.4. Conformado por inyección .....	30
3.4.1. Inyectora .....	31
3.4.2. Variables principales del proceso .....	32
3.4.3. Inyección de materiales con fibra de vidrio .....	34
<b>4. PARTE EXPERIMENTAL .....</b>	<b>35</b>
4.1. Inyección .....	35
4.2. Entallas .....	36
4.3. Ensayos a baja velocidad .....	37
4.3.1. Identación .....	37
4.4. Ensayos a media velocidad .....	38
4.5. Procedimiento experimental .....	40
4.6. Metodología de cálculo .....	41
<b>5. RESULTADOS Y DISCUSIONES .....</b>	<b>47</b>
5.1. PSU .....	48
5.1.1. Ensayo 1 .....	48
5.1.2. Ensayo 2 .....	53
5.1.3. Ensayo 3 .....	56
5.1.4. Ensayo 4 .....	58
5.1.5. Ensayo 5 .....	60
5.1.6. Discusión ensayos PSU .....	61



5.2. PETG .....	62
5.2.1. Ensayo 6 .....	62
5.2.2. Ensayo 7 .....	67
5.2.3. Ensayo 8 .....	70
5.2.4. Ensayo 9 .....	72
5.2.5. Ensayo 10 .....	73
5.2.6. Ensayo 11 .....	74
5.2.7. Ensayo 12 .....	75
5.2.8. Discusión ensayos PETG .....	76
5.3. PPS .....	78
5.3.1. Ensayo 13 .....	78
5.3.2. Ensayo 14 .....	80
5.3.3. Ensayo 15 .....	82
5.3.4. Ensayo 16 .....	84
5.3.5. Ensayo 17 .....	85
5.3.6. Ensayo 18 .....	86
5.3.7. Discusión ensayos PPS .....	87
<b>6. IMPACTO AMBIENTAL Y COSTE .....</b>	<b>89</b>
6.1. Impacto ambiental .....	89
6.2. Coste del proyecto .....	90
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>91</b>



<b>AGRADECIMIENTOS .....</b>	<b>93</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>95</b>
Referencias bibliográficas .....	95



# INTRODUCCIÓN

## 1.1. Introducción general

Desde el uso de materiales metálicos en elementos de maquinaria y estructurales, han tenido lugar roturas frágiles que han obligado al estudio y modelización de su comportamiento. Actualmente la ingeniería se abastece de gran diversidad de materiales, utilizando cada componente en las necesidades que hagan óptimas el uso de sus propiedades. Hoy en día la mecánica a la fractura se aplica en materiales naturales como la arcilla, la madera y la piedra, y en materiales petreoartificiales y cerámicos como hormigones, polímeros y compuestos. Este campo de trabajo es de gran importancia en la comunidad ingenieril, pues permite aumentar la seguridad de los diseños industriales que se realizan.

Existen metodologías para calcular la tenacidad a la fractura de los materiales, recogidas en normativas para asegurar la reproducibilidad de valores. En los polímeros, estas normativas se han realizado a partir de las normas ya aplicadas en metales. Actualmente el ESIS TC4, realiza investigaciones sobre la fractura de materiales poliméricos. Estos estudios aportan modificaciones en los protocolos existentes que tratan sobre fractura frágil de los materiales plásticos, y pueden ser aceptados en la normativa europea ISO modificándola o haciéndola más extensiva.

En la tabla contigua se presentan normativas de aplicación actualmente vigentes para determinar la tenacidad a la fractura de materiales plásticos con rotura frágil.

Norma	Descripción
ASTM D5045-99	Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastics Materials, 1999
ISO 13586-1	Standard Test Methods for "Determination of Fracture Toughness ( $G_c$ and $K_{Ic}$ ) -Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) Approach." (2000)
ISO/CD 17281	"Plastics - Determination of fracture toughness ( $G_{IC}$ and $K_{IC}$ ) at moderately high loading rates

Tabla 1.1 Normativas para aplicar la LEFM en plásticos.



## 1.2. Objetivos

El objetivo del proyecto es determinar qué método de agudización produce una entalla más natural y reproducible para realizar los ensayos de mecánica a la fractura lineal elástica.

## 1.3. Alcance

Se han aplicado los métodos de agudización tradicionales que marca la norma; deslizando la cuchilla de afeitar (sliding), presionando la cuchilla de afeitar (pressing) y golpeando la cuchilla de afeitar (tapping).

Se ha utilizado el método de agudización por ablación con femtoláser.

Se han determinado los parámetros  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  para propagaciones de grietas de tipo frágil haciendo uso de la ciencia “Mecánica a la fractura Lineal Elástica”.

Se han evaluado los parámetros  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  cuando la carga está aplicada con orientación respecto a la grieta en modo I.

La fractura se da en estado de deformación plana.

Se han determinado los parámetros  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  a bajas velocidades de aplicación de carga (1mm/s). Se ha calculado  $K_{IC}$  a media velocidad de aplicación de carga (1m/s).

## 1.4. Antecedentes

La determinación de la tenacidad a la fractura de los materiales plásticos aplicando la Linear Elastic Fracture Mechanics, crea cierto desconcierto por la difícil reproducibilidad de los ensayos determinados por la norma ISO 13586-1.

En breve se publicará un artículo del ESIS TC4, en el que varios laboratorios han realizado los mismos ensayos para determinar la tenacidad a la fractura de una resina epoxy. La





investigación muestra una dispersión en los resultados obtenidos que pone en observación la necesidad de una revisión de la normativa aplicada para realizar los ensayos.

Con un seguido de investigaciones se ha observado que el factor de mayor impacto en los resultados obtenidos corresponde a la realización de la entalla que requieren los ensayos.

Una serie de artículos científicos ponen de manifiesto las diferencias de los ensayos obtenidos al realizar la entalla con el método de la cuchilla de afeitar o ablación por femtoláser [1], [2], [3] y [4]. Los resultados obtenidos muestran que el método de entallar afecta al material en la punta de la grieta. El método con cuchilla de afeitar produce mayores daños por calor a la punta de la grieta y se obtienen valores de tenacidad a la fractura mayores que entallando con ablación por femtoláser, en qué el material en la punta de la grieta se ve menos dañado.





## 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 2.1. Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM)

La mecánica a la fractura lineal elástica es una ciencia que dada una tensión externa sobre un material sólido fracturado o que presenta discontinuidades, estudia su distribución de tensiones, deformaciones y el proceso de propagación de las grietas.

La LEFM surge de los estudios de Griffith [5], sobre criterios de propagación de grietas en sólidos, basados en conceptos de transformación de energía elástica en energía de superficie.

Los trabajos de Griffith están enfocados al concepto energético, es decir, la comparación de la energía por unidad de área suministrada a un material ( $G$ ) y la energía por unidad de área que este precisa para propagar una grieta ( $G_C$ ). Fue Irwin [6], quién introdujo en la LEFM la realización de análisis de tipo tensional. Hasta entonces esta tipología de análisis se había obviado puesto que, teóricamente las tensiones en la punta de una grieta tienden al infinito si se sigue un análisis totalmente elástico. Irwin dice que el proceso de fractura no ocurre en un solo punto (punta de la grieta), y lo hace en una pequeña zona ubicada alrededor de la grieta dónde parte de la energía elástica, se consume en producir deformación plástica del material en la zona adyacente a la punta de la grieta. La zona plástica es muy pequeña pero permite calcular tensiones de tipo finito. Aparece a raíz de estas investigaciones el concepto factor de intensidad de tensiones ( $K$ ), también con su correspondiente valor crítico a partir del cual la fractura se propaga, nombrado cómo, factor de intensidad de tensión crítico o tenacidad a la fractura ( $K_C$ ).

Los materiales plásticos que se estudian en este proyecto, corresponden a materiales en condiciones de fractura frágil. Se considera la fracturación frágil del material más crítica que su rotura dúctil. Las fracturas de tipo frágil presentan menores valores de  $K_C$  y  $G_C$  puesto que las fracturas dúctiles absorben mayor cantidad de energía.

Se aplica la teoría “Linear Elastic Fracture Mechanics” (LEFM), para determinar los parámetros  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  independientemente de la geometría del material.



### 2.1.1. Requisitos para aplicar la LEFM

Para que la LEFM sea válida, se deben cumplir ciertos requisitos dimensionales y de preparación de probetas, así como realizar verificaciones en los resultados que se obtienen [7].

El material debe cumplir la ley de Hooke, es decir, la relación carga-desplazamiento debe ser lineal; el material debe presentar un comportamiento lineal elástico. Al efectuar el ensayo se consigue una curva carga-desplazamiento recta hasta la rotura del material. El protocolo de aplicación de la LEFM evalúa la no-linealidad máxima permitida. Esta restricción se muestra gráficamente en la siguiente figura.

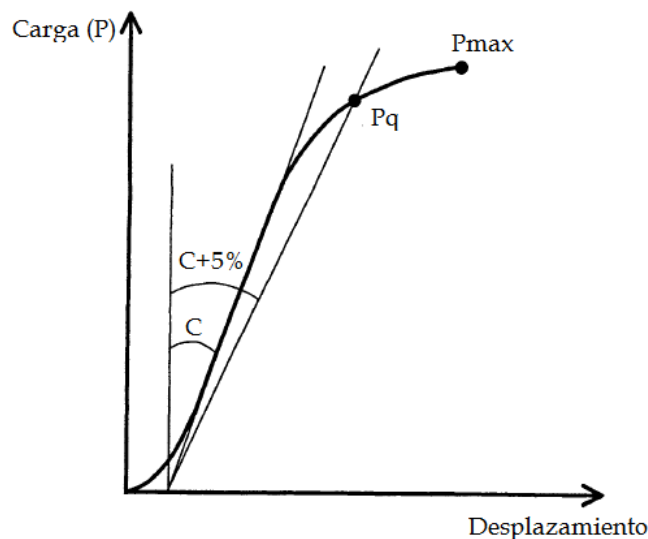


Fig 2.1 Determinación de  $P_q$  y compliance (C).

En el gráfico se calcula  $P_q$ , como la fuerza resultante de la intersección correspondiente a la curva obtenida en el ensayo (carga-desplazamiento), con el pendiente inicial de la curva reducido un 5%. Con  $P_q$  y  $P_{max}$  se comprueba la siguiente restricción:

$$\frac{P_{max}}{P_q} = 1,1 \quad (Ec. 2.1)$$



Otra verificación que se realiza para aplicar la teoría de la LEFM consiste en comprobar que la fractura se propaga en estado de deformación plana.

A continuación se muestra una gráfica, dónde se aprecia la variación de  $K_C$  en función del espesor.

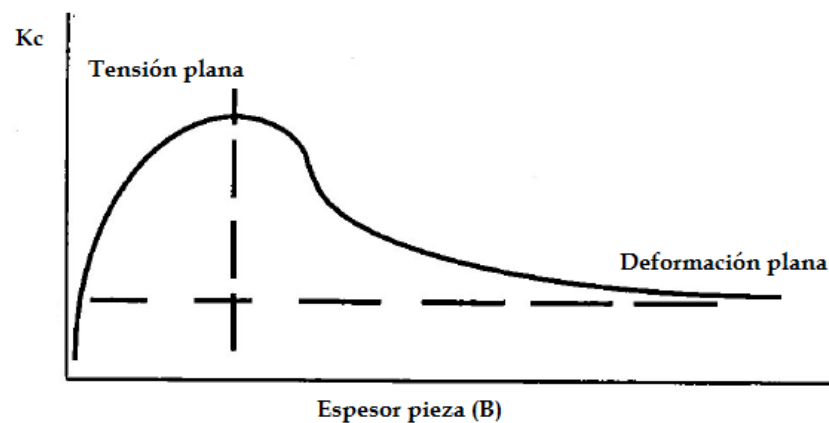


Fig. 2.2 Variación de  $K_C$  en función del espesor.

En la gráfica se observa que según el espesor de la pieza, la fractura presenta dos casuísticas distintas.

A espesores bajos el material presenta una componente dimensional fuera del plano de superficie de fractura al propagarse la grieta, la fractura en este caso sucede en estado de tensión plana.

A espesores mas elevados, se entra en zona de deformación plana. En deformación plana, el material al fracturarse, sigue una componente biaxial sobre el plano de superficie. Este fenómeno sucede porque al aplicar una carga en el cuerpo, la deformación de una cara perpendicular al esfuerzo realizado es cero. Esto es así porque en tal caso hay superficie suficiente en el cuerpo para realizar una tensión de reacción que evita que el cuerpo se deforme fuera del plano. En estado de deformación plana, la  $K_C$  tiende a una asíntota horizontal como se ve en la Fig. 2.2. de tal manera que el valor se mantiene constante en distintos espesores del material. Además, se observa que en deformación plana el valor de



$K_C$  es menor que en tensión plana, pues la fractura presenta una propagación de tipo más frágil, obteniendo así el valor más bajo y por lo tanto más crítico [8].

Haciendo referencia a lo expuesto anteriormente se tiene que,  $K_C$  y  $G_C$  en estado de deformación plana son parámetros característicos del material independientes de la geometría del ensayo.

El protocolo propone la siguiente comprobación dimensional. En caso de que se cumpla la restricción, la fractura se da en estado de deformación plana.

$$B, a, (w - a) > 2,5 \cdot \left( \frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (Ec. 2.2)$$

Esta restricción conlleva que si se desconoce la  $K_{Ic}$  ésta se debe suponer y comprobar realizando un ensayo para saber si las dimensiones elegidas son correctas. Una vez se tiene el espesor correcto las otras características dimensionales vienen impuestas ya por el método de ensayo, en este caso el SENB.

Si se cumplen ambas restricciones, se considera de aplicación la LEFM.



## 2.2. $K_{IC}$ y $G_{IC}$

### 2.2.1. Introducción

$K_C$  y  $G_C$  conllevan en su proceso de determinación y valor, grandes diferencias si el material presenta un comportamiento más, o menos frágil. A continuación se exponen las variables de mayor importancia que afectan al desarrollo de una fractura frágil o dúctil.

Factores que presentan gran influencia en los valores de  $K_C$  y  $G_C$ :

#### Temperatura:

Los materiales plásticos aumentan su ductilidad con incrementos de temperatura sufriendo un importante cambio en sus propiedades. En el caso de su fracturación, no se asemeja el comportamiento del material ante una fractura de tipo frágil y una fractura de tipo dúctil. Sus variables de afectación y la reacción del material son distintas, así como la metodología aplicada para determinar ambos parámetros.

#### Velocidad de impacto o velocidad de aplicación de la carga:

Éste parámetro es análogo a la energía con que se impacta el material. Si el impacto proporciona una energía mayor por unidad de tiempo, las cadenas de polímero que conforman el material rompen rápidamente y el material en este punto no tiene tiempo a plastificarse, obteniendo así una fractura más frágil. Si la energía por el tiempo proporcionada al material es menor, se obtienen efectos plásticos en la fracturación.

Se observa que al ensayar un material, la temperatura y la velocidad de aplicación de la carga son las principales variables que afectan en los resultados. Esto se debe a la viscoelasticidad que presentan los polímeros. Para conseguir ensayos reproducibles se deberá especificar la velocidad y la temperatura de ejecución de los ensayos cuidadosamente. Los protocolos y normativas de aplicación ajustan ambas variables.



### 2.2.2. Tenacidad a fractura

El parámetro  $K$  corresponde al campo de tensiones que se ubican alrededor de una grieta. Para evaluar la resistencia a la fractura de un material, es conveniente obtener su valor crítico de  $K$ , es decir, la intensidad mínima de tensiones que se aplica a una fractura para que ésta se propague. Este parámetro se llama tenacidad a fractura ( $K_C$ ). Por lo tanto, cuando a la fractura se le aplique un  $K$  menor a  $K_C$  la fractura se mantendrá estable sin propagarse. Sin embargo, si se cumple que  $K$  es mayor a  $K_C$  la fractura se propagará hasta la falla del material, pudiéndose desarrollar a una velocidad superior a cientos de metros por segundo.

El valor  $K_C$  es diferente según la manera en que se aplica la fuerza externa respecto a la orientación de la grieta.

Modo I: La tensión normal es perpendicular al plano de la grieta. Se provoca un esfuerzo de tracción.

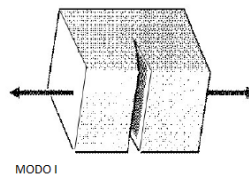


Fig. 2.3 Modo I.

Modo II: Los desplazamientos de la superficie de la grieta son perpendiculares al plano de la grieta y los esfuerzos cortantes son paralelos al plano de la grieta.

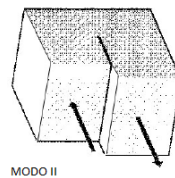


Fig. 2.4 Modo II.





Modo III: Los esfuerzos cortantes son paralelos al plano de la grieta y los labios de esta se mueven en dirección paralela, el modo de crecimiento de grieta es de desgarramiento.

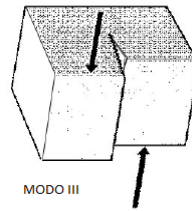


Fig. 2.5 Modo III.

El material puede estar sometido a cualquier modo de fractura, sin embargo, el de mayor ocurrencia y en varias ocasiones más desfavorable que proporciona un  $K_C$  más crítico y por lo tanto de menor valor, es el modo I. Por esta razón las  $K_C$  que se han evaluado en este proyecto corresponden a  $K_{IC}$ . El modo I se ha realizado en este proyecto con un ensayo de flexión tipo SENB ya que la cara opuesta a la entalla está sometida a compresión y la cara correspondiente a la grieta a tracción.

Con el dato  $K_I$  se conoce el campo de tensiones alrededor de una grieta. Este parámetro, permite determinar similitudes de reacción de un mismo material y modo de agrietamiento respecto a su fracturación en geometrías y fracturas distintas.

Como se ha mencionado anteriormente, Irwin demostró en sus investigaciones que las tensiones alrededor de la fractura son finitas. Para realizar el cálculo utilizó ecuaciones matemáticas complejas que satisficieran simultáneamente condiciones particulares de deformación y de tensión. Se utiliza la función de tensión de Airy ( $\Psi$ ), dónde si el modo de agrietamiento es el modo I se da uso a la solución propuesta por Westergaard [9].

$$K = \sigma \cdot \sqrt{2 \cdot \pi \cdot r} \quad (\text{Ec. 2.3.})$$

Como se observa en la fórmula, se utiliza la carga máxima, pues corresponde a la tensión crítica ( $\sigma$ ) en que la fractura se propaga y la probeta disminuye su resistencia a la carga aplicada, obteniendo así el valor de  $K$  crítico ( $K_C$ ). “ $r$ ” corresponde al radio de la zona plástica generada alrededor de la grieta que permite hacer un análisis finito del campo de tensiones  $K$ . A mayor “ $r$ ”, mayor serán las tensiones admitidas, así pues, interesa una zona plástica pequeña para conseguir un valor crítico. La restricción expuesta en la ecuación 2.2



ya contempla este aspecto, consiguiendo que la zona plástica sea pequeña y por lo tanto que el material presente una rotura frágil.

Referente al criterio tensional se observa:

Si  $K_{IC} > K_I$  No hay propagación de la grieta (estable).

Si  $K_{IC} = K_I$  Posible propagación cuasi estática de la grieta.

Si  $K_{IC} < K_I$  Propagación dinámica de la grieta (inestable).

### 2.2.3. Energía de fractura

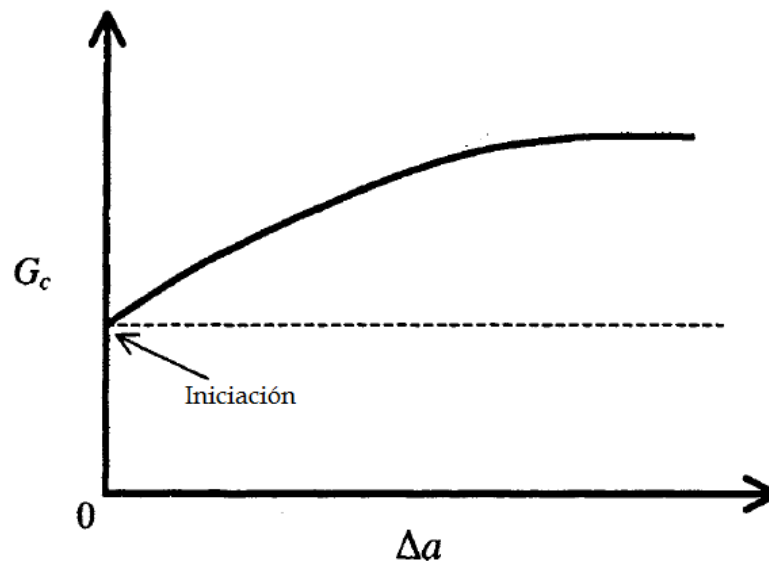
$G_{IC}$  es la energía necesaria para propagar una grieta por unidad de área de sección fracturada. La unidad de utilización convencional es  $\text{kJ/m}^2$ .

$$G_c = \frac{dU}{B \cdot da} \quad (\text{Ec. 2.4.})$$

Donde “a” es la longitud de la grieta para un espesor uniforme B, y U es la energía liberada en la iniciación de la grieta.

Cuando se inicia la grieta, la energía liberada  $G_{IC}$  presenta un determinado valor. A medida que la grieta crece (se propaga) la energía liberada en la propagación también lo hace como se indica en la siguiente gráfica [10].



Fig. 2.6 Variación de  $G_c$  según el crecimiento de grieta "a".

La  $G_{IC}$  de estudio corresponde al momento en que se inicia la propagación de la grieta. Este valor es el más pequeño y por lo tanto el más crítico.

Para conceptualizar este parámetro se realiza un balance de energía en un material con una grieta de longitud "a", de espesor homogéneo al que se le aplica una carga constante. Al graficar la curva carga-desplazamiento se obtiene una recta puesto que estamos analizando deformaciones elásticas. La energía almacenada en el cuerpo viene dada por el área bajo la curva (1) de la figura 2.7 con el siguiente valor:

$$U_1 = \frac{1}{2} \cdot P \cdot \Delta \quad (Ec.2.5.)$$

Donde "P" corresponde a la carga máxima y "Δ" al desplazamiento máximo.

Si se aumenta la carga en  $dP$ , el desplazamiento también lo hará en  $d\Delta$  obteniendo la curva (2) de la figura 2.7 dónde su energía almacenada será:



$$U_2 = \frac{1}{2} \cdot (P + dP) \cdot (\Delta + d\Delta) \quad (\text{Ec. 2.6.})$$

La zona coloreada de la figura 2.7 corresponde al trabajo externo realizado, con un valor de:

$$U_3 = \left( \frac{(P + dP)}{2} \right) \cdot d\Delta \quad (\text{Ec. 2.7.})$$

La diferencia entre  $U_2$  y  $U_1$  es la energía que absorbe el cuerpo en forma de energía elástica.

El cambio de energía cuando la grieta avanza viene dado por:

$$U = U_2 - U_1 - U_3 \quad (\text{Ec. 2.8.})$$

“U” corresponde al área entre las curvas (1) y (2).



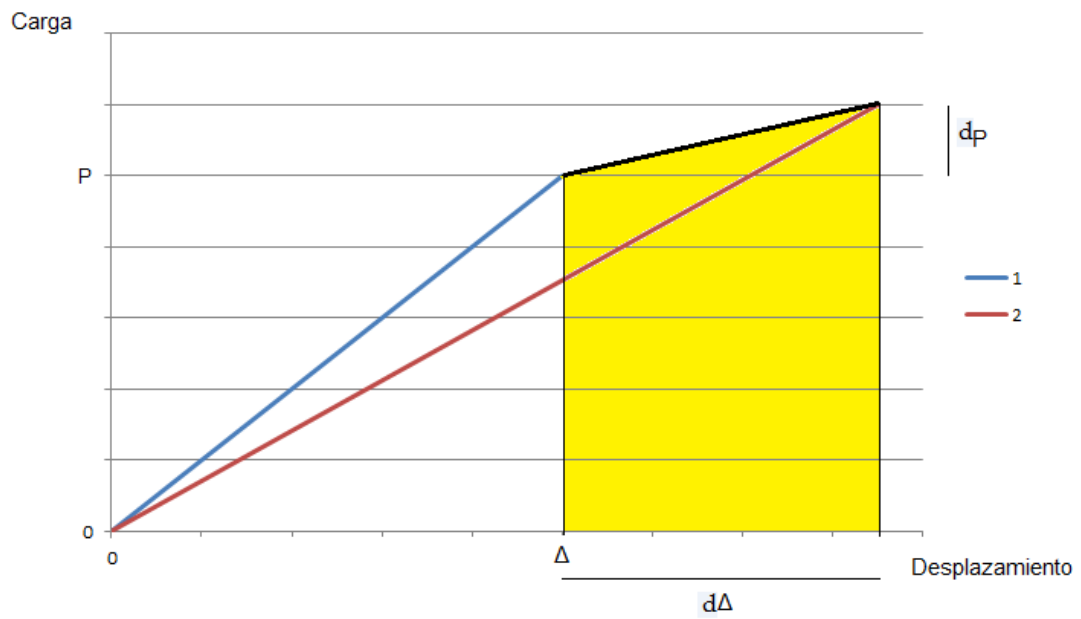


Fig. 2.7 Curva carga-desplazamiento de un cuerpo que contiene una grieta.

Sustituyendo se obtiene:

$$dU = \frac{1}{2} \cdot (\Delta \cdot dP - P \cdot d\Delta) \quad (\text{Ec. 2.9.})$$

La energía liberada por unidad de área al avanzar la grieta o tasa de liberación de energía es:

$$G = \frac{1}{2 \cdot B} \cdot \left( \Delta \cdot \frac{dP}{da} - P \cdot \frac{d\Delta}{da} \right) \quad (\text{Ec. 2.10.})$$

Como se realiza la hipótesis de linealidad, podemos definir la “compliance”, como una función que sólo depende de la longitud de la grieta y de la geometría de la probeta.



La “compliance” es el factor de proporcionalidad entre la carga y el desplazamiento, que corresponde al inverso de la rigidez, es decir, la flexibilidad [11].

$$\text{Compliance } (C) = \frac{\Delta}{P} ; \quad d\Delta = C \cdot dP + P \cdot dC \quad (\text{Ec. 2.11.})$$

Substituyendo la ecuación 2.10 en la ecuación 2.11 se obtiene:

$$G_c = \frac{1}{2 \cdot B} \cdot P^2 \cdot \frac{dC}{da} = \frac{\Delta^2}{2 \cdot B} \cdot \frac{1}{C^2} \cdot \frac{dC}{da} \quad (\text{Ec. 2.12.})$$

Como se observa, se puede determinar “G<sub>c</sub>” con la compliance.

Referente al criterio energético se observa:

Si  $G_{IC} > G_I$  No hay propagación de la grieta (estable).

Si  $G_{IC} = G_I$  Posible propagación cuasi estática de la grieta.

Si  $G_{IC} < G_I$  Propagación dinámica de la grieta (inestable).

A continuación se muestra la ecuación conocida como la relación de Irwin, aplicable en casos de deformación plana.

$$G_{IC} = (1 - \nu^2) \cdot \frac{K_{IC}^2}{E} \quad (\text{Ec. 2.13.})$$

Donde “ $\nu$ ” es la relación de Poisson y “E” el módulo elástico.



Como se observa esta ecuación relaciona  $K$  con  $G$  no solamente en situación crítica, sino también para cualquier estado inferior al crítico.

### 2.3. Ensayo tipo SENB.

El ensayo de fractura escogido es el tipo SENB (Single End Notch Bend), o también conocido como prueba de flexión por tres puntos. La probeta utilizada es de tipo viga con una entalla simple en el centro. Este ensayo especifica las dimensiones y preparación de las probetas a utilizar así como el método de ejecución del ensayo. La normativa que hace referencia al ensayo SENB son la ISO 13586:2000(E) y la ASTM D5045-99 (2006).

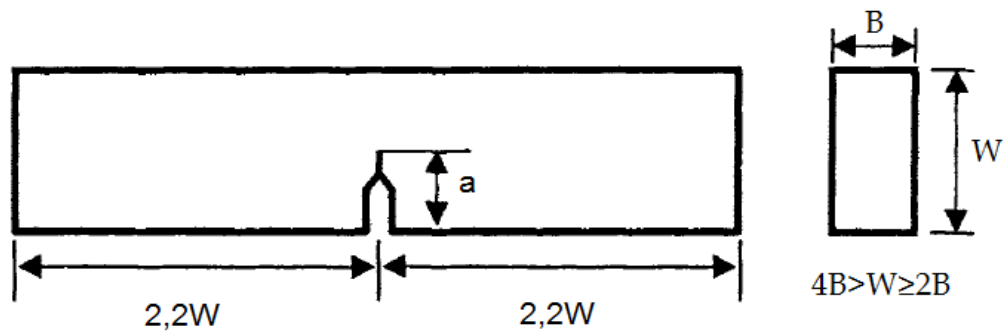


Fig. 2.8. Dimensiones de probeta del ensayo a fractura.

Las probetas para ser ensayadas con el método SENB, deben cumplir las siguientes restricciones dimensionales:

$$L > 4,2 \cdot W \quad (\text{Ec. 4.1.})$$

$$\frac{W}{4} < B < \frac{W}{2} \quad (\text{Ec. 4.2.})$$

$$0,45 \cdot W \leq a \leq 0,55 \cdot W \quad (\text{Ec. 4.3.})$$



El ensayo SENB debe cumplir los siguientes parámetros en su ejecución:

$$\text{Distancia entre soportes (SPAN)} = 4 \cdot W \quad (\text{Ec. 4.4.})$$

$$\frac{W}{4} < D < W \quad (\text{Ec. 4.5.})$$

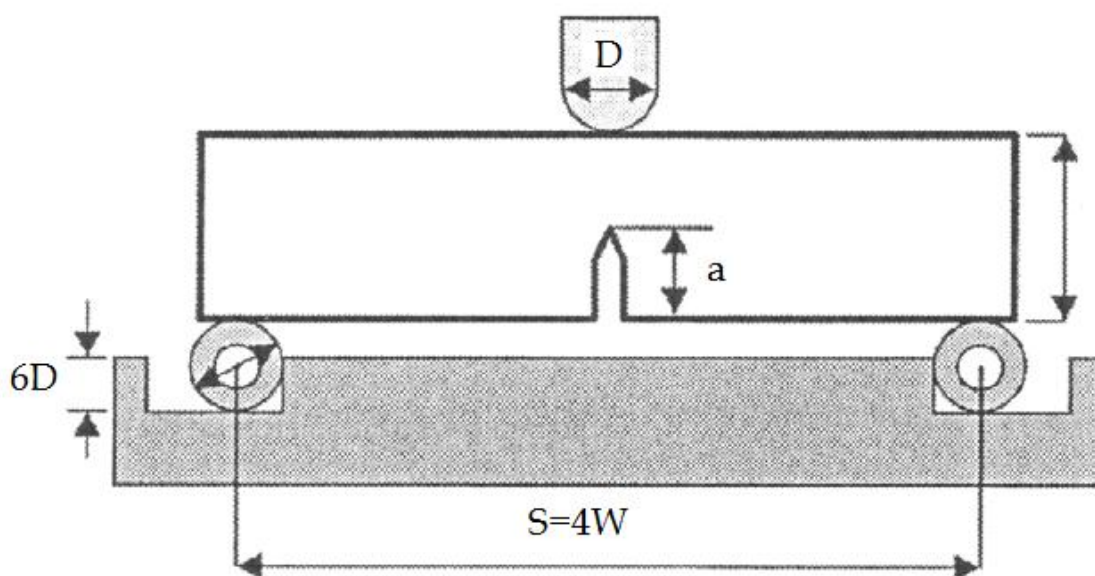


Fig. 2.9 Parámetros dimensionales para realizar el ensayo tipo SENB.





## 2.4. Entallas

La función de la entalla es generar una fractura natural (muy aguda), que actúe como concentrador de tensiones.

Como menor radio tenga la punta de la grieta mayor será la concentración de tensiones en este punto, y por lo tanto el cuerpo o probeta romperá con una carga aplicada menor.

Existen diferentes técnicas para generar entallas en un material. En el caso de metales, la entalla se consigue por fatiga. Se realiza en primer lugar una pre-entalla, y posteriormente se fatiga el material para obtener una entalla natural. Este procedimiento se describe en la norma UNE-EN ISO 12737:2006 y es aplicable también para materiales plásticos. Sin embargo, el crecimiento de una grieta por fatiga en los plásticos es inestable. Se deben utilizar frecuencias bajas ( $<4\text{Hz}$ ) para evitar su calentamiento por histéresis, el cual cambia las propiedades del material produciendo su plastificación. A frecuencias inferiores a  $4\text{Hz}$  la agudización de la probeta sería un procedimiento lento. Por este motivo la aplicación de la norma ISO en el caso de materiales poliméricos presenta otra metodología más simple para hacer la entalla en la probeta.

La técnica principal que expone la norma ISO 13586-1 es el tapping. El tapping consiste en colocar una cuchilla de afeitar en la pre-entalla de la probeta y dar un golpe a la cuchilla con un martillo.

En materiales en que la técnica del tapping no da resultados, la norma propone otro método en el que se coloca una hoja de afeitar en la punta de la pre-entalla y se desliza por la punta uniformemente. Este método es denominado por la norma como “sliding razor” o cuchilla deslizante. Una variante al sliding es el pressing, en el que la cuchilla de afeitar se presiona en lugar de deslizarla.

Ambas técnicas están sujetas al factor humano, y debido a la sensibilidad que presentan los materiales poliméricos a la entalla en los ensayos de fractura, se observan resultados muy dispares según quién realiza la entalla, e incluso entre distintas probetas entalladas por una misma persona.

El efecto que produce la agudización del espécimen se intenta paliar realizando un mínimo de cinco ensayos o más de cada material, para disminuir la dispersión de resultados. Sin



embargo, investigaciones recientes han revelado otros posibles métodos más eficientes para agudizar las probetas.

Una técnica es el femtoláser; la agudización se realiza con un láser de femtosegundos o “femtoláser”, capaz de cortar el polímero por ablación con pulsos de 120 fs de láser infrarrojo (795nm) con una frecuencia de 1 kHz (oscilador Ti:zafiro, Tsunami-Spectra Physics), acoplado a un amplificador de energía del pulso (Spitfire, Spectra Physics). [12]



### 3. MATERIALES

#### 3.1. Polisulfona (PSU)

La polisulfona utilizada es UDEL P-1700, suministrada por Solvay Advanced Polimers. Las polisulfonas son polímeros que tienen grupos  $-\text{SO}_2-$  repetitivos o recurrentes.

La polisulfona UDEL incluye grupos polymerizados de difenilsulfona y bisfenol A. La estructura de la unidad repetitiva de una polisulfona UDEL, fabricada por condensación de bisfenol A y 4,4'-diclorodifenilsulfona, se muestra a continuación.

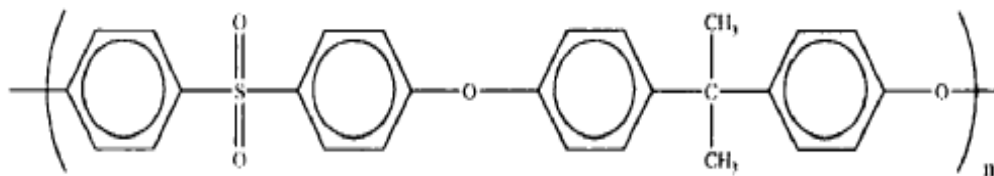


Fig. 3.1 Unidad repetitiva de PSU.

La PSU es un polímero termoplástico amorfo de ingeniería de alto desempeño.

Presenta excelentes propiedades de resistencia mecánica. Es duro, con alto modulo elástico y resistente al impacto.

Tiene alta resistencia a agentes químicos. A oxidación, hidrólisis, ácidos minerales, soluciones alcalinas, sal, detergentes y aceites de hidrocarburos. Puede ser atacada por disolventes como cetonas, hidrocarburos clorados e hidrocarburos aromáticos. Presenta bajos niveles de impureza iónica.

Físicamente presenta un color semitransparente. Su temperatura de transición vítrea es de 185°C, lo que confiere un amplio rango de capacidad térmica (-100 a 150°C). Buena estabilidad dimensional. Altamente resistente a la degradación por radiación gamma o haz de electrones. Buen aislamiento térmico. Buen aislamiento eléctrico y estable en un amplio



rango de temperaturas incluso después de la inmersión en agua o la exposición de humedad. Puede esterilizarse repetitivamente con vapor de agua sobrecalentado y por radiación.

Auto extingible, con resistencia a la llama UL94-V-0 a 6,35mm de espesor y UL94-V-2 a 3,175mm.

Actualmente el PSU es de aplicación en sectores donde otros materiales plásticos de menor coste de adquisición no cumplen las propiedades requeridas para tal uso. Se utiliza en instrumentación analítica, dispositivos médicos, componentes semiconductores de equipos de proceso, insertos para equipos de limpieza y vapor, aplicaciones de autoclave, válvulas de distribución, membranas de intercambio iónico, automoción, baterías, aplicaciones electrónicas y en la industria alimentaria, pues cumple la normativa higiénica FAR 21 CFR 177.1655, y puede ser utilizada en artículos para uso repetido en contacto con alimentos. También están aprobados por la NSF, el Departamento de Agricultura en el contacto con la carne y aves de corral, y por las normas 3-A Sanitarias de la Asociación de Productos Lácteos.

Remplaza el policarbonato en aplicaciones de temperatura elevada o más necesidad de resistencia química[13].

### 3.2. Sulfuro de polifenileno (PPS)

El sulfuro de polifenileno utilizado es Ryton 7-120 con un 40% de fibra de vidrio como contenido de relleno.

El monómero repetitivo que forma las cadenas del polímero es un átomo de azufre enlazado con benceno.

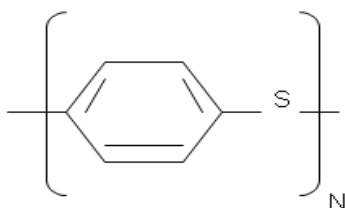


Fig. 3.2. Unidad repetitiva de PPS.



PPS es un termoplástico semicristalino, que ofrece la más amplia resistencia a productos químicos entre los plásticos de ingeniería avanzada. Normalmente se comercializa con un 40% de fibra de vidrio debido a su inherente fragilidad, dotándole de mayor resistencia al desgaste.

Las cualidades que hacen atractivo al material son en primer lugar, la resistencia que presenta a agentes químicos. No tiene disolventes conocidos por debajo de 200°C. Inerte a vapor, bases fuertes, ácidos y combustibles. Otras propiedades son su prácticamente nula absorción de humedad. Su gran estabilidad dimensional y termal, manteniéndose hasta los 220°C. Tiene resistencia a la llama, presentando inflamabilidad UL 94 VO/5VA, con baja emisión de humos al combustionar. Presenta excelentes propiedades mecánicas y eléctricas.

La buena estabilidad dimensional, el bajo coeficiente lineal de expansión térmica y su resistencia a ataques químicos, confieren al material la capacidad de ser usado en aplicaciones críticas constituyendo elementos en maquinaria que precise tolerancias muy ajustadas, formando parte de recubrimientos, componentes para manejo de fluidos, componentes electrónicos, componentes de secadores, etc.

Actualmente se está utilizando el material en el sector de la automoción; en sistema de frenos, sistema de refrigeración y sistema del combustible. En cuerpos de bombas, dónde sustituye al acero inoxidable, y es una excelente alternativa a temperaturas menores a las que puede operar el PEEK como sustituto[14].

### **3.3. Copoliéster de Polietilentereftalato Glicol (PETG)**

Respecto a la grana utilizada para inyectar las probetas de PETG, se desconoce su referencia y suministrador.

El PETG es un copolímero del PET producido por reacción del 1,4-ciclohexilenglicol con los ácidos isoftálico y tereftálico. Las unidades estructurales del PETG son el 1,4-ciclohexandimetiloxido, el ácido isotereftalato y el ácido isoftálico.



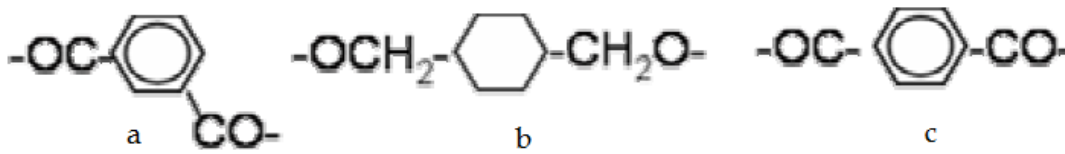


Fig. 3.3 (a) ácido isotereftálico. (b) 1,4-ciclohexilenglicol. (c) ácido tereftálico

En cuanto a propiedades, el PETG es un termoplástico amorfo. Es transparente con buenas propiedades ópticas y superficie brillante. Fácil de manipular y de moldear por vacío, mantiene sus prestaciones a bajas temperaturas, y permite fácil reciclaje.

Sus características de resistencia mecánica destacan por su buena resistencia a los impactos. Presenta buena resistencia química a agentes como aceites, gasolina, glicerina y etanol. Tiene baja absorción de agua.

El material se degrada a 270°C y su temperatura de trabajo no debe exceder los 70°C.

El material presenta variedad de aplicaciones. Procesado por extrusión se utiliza en cubiertas, pantallas de máquinas industriales y paneles. Procesado por extrusión de films se utiliza para envases de alimentos, farmacéuticos y médicos. Moldeado por inyección se utiliza para juguetes, piezas de refrigeradores, en componentes eléctricos y electrónicos, tarjetas inteligentes y herramientas médicas. En extrusión por soplado se utiliza en botellas para cosméticos, jabones, champús y detergentes[15].

### 3.4. Conformado por inyección

El moldeo por inyección es un proceso semicontinuo que consiste en inyectar el polímero en estado fundido en un molde cerrado refrigerado. El material se distribuye en el molde ocupando todas las cavidades y solidifica a una determinada temperatura.



### 3.4.1. Inyectora

La máquina de inyección esta compuesta por dos unidades básicas:

#### Unidad de inyección.

Su función es fundir el plástico, homogeneizarlo, transportarlo, dosificarlo e inyectarlo en el molde.

La unidad se compone por:

**Tolva:** Es por dónde se alimenta la máquina. La materia prima (granza) se introduce en la unidad de inyección a través de la tolva cuya función es regular la entrada de material.

**Cilindro de inyección:** Lo forma un husillo, que con su giro hace avanzar el material. Tiene calentadores periféricos para regular la temperatura de la masa fundida. El husillo se divide en tres partes que realizan distinta función. Se definen a continuación.

**Zona de alimentación:** Corresponde a la parte del husillo situada bajo la tolva. Su función es precalentar la granza y hacerla avanzar hacia la siguiente zona.

**Zona de compresión:** Corresponde a la parte central del husillo. En este punto se funde el material y se hace avanzar hacia la zona de dosificación.

**Zona de dosificación:** Corresponde a la parte final del husillo. En este tramo se mezcla el material, homogeneizándolo para ser inyectado. El material se conduce a la cámara de dosificación.

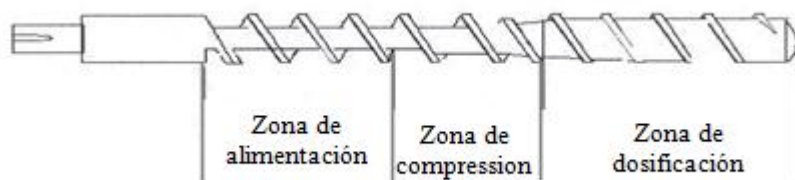


Fig. 3.4 Husillo de inyección.



Una vez acumulado suficiente material en la zona de dosificación, es función del husillo inyectar la masa fundida en el molde. Al inyectar, el husillo avanza sin rotación impulsado por un cilindro hidráulico, empujando la masa fundida dosificada a través de una boquilla hacia el interior del molde. Gracias al concurso de una válvula antiretorno, el husillo se comporta como un émbolo.

#### Unidad de cierre.

Su función es cerrar el molde con fuerza para que no se abra bajo el efecto de la presión de inyección, y expulsar la pieza del molde abriéndolo después que se haya solidificado el plástico.

La unidad de cierre esta formada por dos placas que sujetan el molde. La placa en el lado de inyección es fija, mientras que la del lado de expulsión puede deslizarse por cuatro guías para abrir y cerrar el molde. [16]

### **3.4.2. Variables principales del proceso.**

A continuación se detallan los factores de mayor afectación en el proceso de inyección.

#### Temperatura de inyección:

La temperatura de inyección debe ser lo más baja posible. Se consigue así un ahorro de energía, una contracción del material en el molde menor y un tiempo de ciclo más corto puesto que el material enfría en un salto térmico menor. Sin embargo, la temperatura debe ser lo suficiente elevada para garantizar que en los canales de acceso al molde el material no solidifica hasta que éste esta lleno, y que el molde se llena completamente. Debe tenerse en cuenta la temperatura máxima de degradación del material, que no debe excederse en ningún caso. Materiales más viscosos requerirán una temperatura de transformación mayor, pues costará más plastificarlos.

#### Velocidad de giro del husillo:

La velocidad de giro ideal es aquella que produce la completa plastificación en el último punto posible sin necesidad de alargar el tiempo de ciclo. Velocidades de giro grandes, contribuyen a la presencia de infundidos y una pésima homogeneidad del material.





#### Contrapresión:

La contrapresión frena el retroceso del usillo en la fase de dosificación justo antes de proseguir a la inyección. La contrapresión consolida la masa fundida excluyendo aire, y aumenta la cizalladura en el material mejorando la mezcla del mismo. La contrapresión debe ser lo más baja posible, siempre que se cumpla que la pieza extraída del molde sea consistente y el material esté bien homogeneizado. A contrapresiones elevadas aumenta el tiempo de plastificación y compresión del material. Esto provoca que el material se caliente, y aumente la cantidad de material a cargar.

#### Presión de inyección:

La presión de inyección debe ser la mínima posible teniendo en cuenta que, viscosidades de material elevadas, entradas al molde pequeñas y moldes de piezas complejas precisan mayor presión de inyección para obtener piezas de buena calidad.

#### Velocidad de inyección:

Éste parámetro determina la presión de inyección. Sin embargo, generalmente son más deseables las velocidades de inyección altas puesto que evitan la solidificación de la masa fundida, reducen la visibilidad de las líneas de soldadura, producen una mejor unión en las líneas de soldadura, aumentan el brillo de la superficie, mantienen la temperatura de la masa fundida en el molde a un nivel superior, mejoran la transferencia de la presión en el molde y reducen la orientación general.

#### Presión de mantenimiento:

La presión de mantenimiento compensa la contracción del volumen de masa fundida durante el enfriamiento del molde. Su tiempo de duración debe permanecer hasta que el fundido en el punto de inyección o mazarota solidifica. Una presión de mantenimiento insuficiente puede dar lugar a depresiones superficiales, vacíos, variación de las dimensiones de la pieza y aumento de contracción. Una presión de mantenimiento demasiado alta puede dar lugar a problemas con la expulsión de las piezas moldeadas, tensión en la zona de entrada y alabeos.

#### Temperatura del molde:

Una temperatura lo más baja posible acorta el tiempo de ciclo del proceso. Sin embargo, la temperatura del molde incide en propiedades del producto como aspecto de superficie,



dimensiones, contracción, alabeo, índice de cristalización, niveles de tensiones en el molde y comportamiento térmico de las piezas moldeadas. En éste proyecto se trabaja con material amorfo y semicristalino. De manera general, en los materiales amorfos los moldes calientes mejoran sus propiedades y no cambian demasiado los valores de contracción; en moldes fríos se observan dificultades de llenado, y se necesitan presiones de inyección y temperaturas de la masa fundida altas. En materiales semicristalinos, utilizando moldes calientes, el nivel de cristalización del material es más alto y los valores de contracción también; en moldes fríos, la cristalización sucede tras el moldeo, y hay peligro de alabeo durante el uso de la pieza moldeada. [17]

### **3.4.3. Inyección de materiales con fibra de vidrio.**

Cuando se inyectan termoplásticos con fibras de vidrio, debe tenerse en cuenta que la resistencia de la pieza aumenta y por lo tanto pierde elasticidad. En éste caso, la pieza opone una mayor resistencia a torsión, lo que contribuye a una mayor dificultad de desmoldeo.

En el diseño del molde debe tenerse en cuenta aumentar la conicidad de las cavidades, y los esfuerzos del expulsor para desmoldar deben ser mayores. Las tolerancias de dimensiones del molde pueden ser más estrechas puesto que al contener fibras la contracción del material es menor. Debe tenerse en cuenta que la contracción de los materiales con fibras es mucho mayor en sentido perpendicular a la orientación de las fibras que en sentido longitudinal.

Las vías de flujo (canales) han de ser lo más rectas y cortas posibles, evitando reducciones bruscas de sección para conseguir que las fibras no queden retenidas.

La velocidad de inyección correcta tiende a ser la máxima en este tipo de materiales consiguiendo así una distribución más uniforme de las fibras, con ausencia de las mismas en la superficie.

La presión de inyección debe ser mayor a la del material sin fibra ya que las cargas reducen la fluidez del material. [18]



## 4. PARTE EXPERIMENTAL

### 4.1. Inyección

A continuación se exponen los valores de inyección utilizados.

#### PETG

Material	PETG
<b>PLASTIFICACIÓN</b>	
Temperaturas (°C)	250 - 260 - 270 - 270
Velocidad de giro (m/s)	0,15
<b>INYECCIÓN</b>	
Velocidad de inyección (cm <sup>3</sup> /s)	90
Presión de mantenimiento (bar)	700
Tiempo de inyección (s)	1,21
<b>MOLDE</b>	
Temperatura (°C)	10

Tabla 4.1 Parámetros inyección PETG.

#### PPS

Material	PPS + 40% fibra de vidrio
<b>PLASTIFICACIÓN</b>	
Temperaturas (°C)	240 - 300 - 310 - 320
Velocidad de giro (rpm)	154
Contrapresión (bar)	6
<b>INYECCIÓN</b>	
Velocidad de inyección (cm <sup>3</sup> /s)	80,96
Presión de mantenimiento (bar)	perfil de 70 a 30
Tiempo de inyección (s)	1,21
<b>MOLDE</b>	
Temperatura (°C)	80
Tiempo de enfriamiento (s)	15
Presión de expulsión (bar)	40

Tabla 4.2 Parámetros inyección PPS.



## 4.2. Entallas

La agudización de la muestra debe realizarse en la mitad de su longitud (L) y profundizarla aproximadamente hasta la mitad de su altura (W) según indica el ensayo SENB [7]. Cumpliendo estos requisitos se ha realizado una pre-entalla utilizando una fresa manual de potencia 550W, con una herramienta circular de 40 mm de radio y 1 mm de espesor. El corte se ha realizado perpendicularmente a la longitud de la probeta (L).

Una vez obtenida la pre-entalla se ha eliminado la rebaba del material con una hoja de esmeril y se ha realizando la agudización o generación de la entalla por distintos métodos:

Cuchilla deslizante (sliding): Este método se ha utilizado en las probetas de PSU y PETG. Consiste en colocar la cuchilla en la pre-entalla, y hacer una ligera presión al mismo tiempo que se desliza la cuchilla. Debe hacerse una presión y deslizamiento homogéneo a lo largo de todo el movimiento.

Cuchilla presionando (pressing): Este método se ha utilizado en las probetas de PPS debido a la presencia de fibras que imposibilita aplicar el deslizamiento de cuchilla. También se ha aplicado en las probetas de PETG pues el material ha reaccionado mejor a este tipo de entalla. El método consiste en colocar la cuchilla en la pre-entalla y hacer una fuerte presión repartida homogéneamente a lo largo de la punta de la pre-entalla.

Tapping: Éste método se ha utilizado en todos los materiales. Consiste en colocar una cuchilla de afeitar en la pre-entalla del material con una base acoplada que permita asestar un golpe de martillo.

Femtoláser: La agudización se realiza utilizando un láser de femtosegundos o “femtoláser”, capaz de cortar el polímero por ablación con pulsos de 120 fs de láser infrarrojo (795 nm) con una frecuencia de 1 kHz, acoplado a un amplificador de energía del pulso.



### 4.3. Ensayos a baja velocidad.

El objetivo de los ensayos es determinar  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$ . Por ello interesa obtener la carga máxima que resiste la probeta antes de propagarse la grieta, así como la compliance del material. Se han registrado los datos que conforman la curva carga-desplazamiento del material. Para la obtención de los datos, se han realizado ensayos con múltiples probetas de un mismo material (10 aproximadamente), en una máquina GALBADINI equipada con una célula de carga de 1kN puesto que la fuerza necesaria para propagar la grieta de la probeta no excede de este valor.

El desplazamiento se mide con la distancia recorrida por el cabezal de la máquina, y ésta dispone de un sistema informático de adquisición y tratamiento de datos SUN 2500.

Para realizar la aplicación de la carga en modo I, el ensayo utilizado es tipo SENB.

La norma ISO 5893 especifica las características que debe cumplir la máquina para realizar ensayos de flexión, donde se define que el radio del actuador de carga debe ser de 5mm con margen de  $\pm 0,1$ mm y el radio de los soportes de 5mm  $\pm 0,2$ mm.

Los pasos operacionales a seguir para hacer el ensayo se especifican en las normas ISO 13586:2000(E) y ASTM D5045-99(2006).

Las variables del ensayo correspondientes a temperatura y velocidad recomendadas en el protocolo utilizado son de  $T=23^{\circ}\text{C}$  y  $V=10\text{mm/min}$ . La temperatura del laboratorio es alrededor de  $22^{\circ}\text{C}$  y la velocidad utilizada de  $1\text{mm/min}$ . La diferencia de temperatura puede ser despreciable, sin embargo es necesario tomar nota de ello para especificar en que condiciones se realiza el ensayo. Respecto a la velocidad, ésta se ha disminuido ya que los materiales ensayados son muy frágiles y la propagación de la grieta a velocidades de  $10\text{mm/min}$  es muy rápida facilitando así la obtención de datos.

#### 4.3.1. Identación

Para corregir la energía aportada en el ensayo a causa de la penetración del actuador en el material, se realiza el ensayo de la probeta sin entallar (5 probetas para cada material) y el ensayo con probeta metálica (5 probetas). En este ensayo se realiza una identación del



material en las mismas condiciones de velocidad y temperatura utilizadas en el ensayo de flexión, colocando la probeta simplemente apoyada en un disco de acero para anular la flexión de la misma.

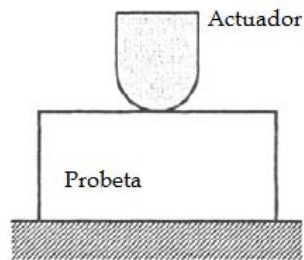


Fig. 4.3 Identación de una probeta con el actuador.

Para la prueba de indentación, se ha utilizado la misma máquina que para realizar el ensayo de flexión a baja velocidad. Ambas flexibilidades permiten corregir la curva obtenida en el ensayo de flexión de la probeta.

#### 4.4. Ensayos a media velocidad.

Cuando se aplica una carga a media velocidad, de forma súbita, se está produciendo un impacto en la probeta. Los ensayos a media velocidad se han realizado con péndulo instrumentado.

El objetivo del test de impacto es caracterizar la resistencia a la fractura de los materiales, analizando la curva carga-desplazamiento tras romper probetas previamente entalladas.

El ensayo de impacto realizado es de flexión tipo SENB. Para ello la disposición del péndulo instrumentado, corresponde a la geometría utilizada en los ensayos de tipo Charpy, donde la probeta está simplemente apoyada y recibe el impacto en el centro.



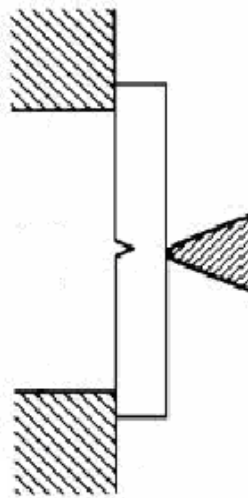


Fig. 4.4 Geometría ensayo tipo Charpy.

Esta prueba es conocida como, ensayo de flexión de barras prismáticas. Se someten a flexión probetas prismáticas del material en estudio.

La máquina utilizada es un péndulo instrumentado CEAST con un procesador de datos DAS 16000.

En el impactor o martillo, hay una galga extensiométrica que permite realizar medidas a muy alta frecuencia, registrando una curva carga-desplazamiento desde el inicio del impacto hasta el final del evento.

El ensayo se ha realizado a una temperatura de 20°C y a una velocidad de 1m/s. Se ha utilizado una frecuencia de registro de datos de 4000 Hz.

En los materiales estudiados, al realizar el ensayo se observaron efectos dinámicos. Los efectos dinámicos, aparecen a causa de la relativa rigidez de la interfase de contacto péndulo-probeta, y la aceleración y desaceleración relativa de la probeta respecto al péndulo[19]. Estos efectos producen oscilaciones importantes en la curva carga desplazamiento, que imposibilita el conocimiento de la curva real del material. Las fuerzas y energías reales que actúan en la muestra son diferentes a las registradas.



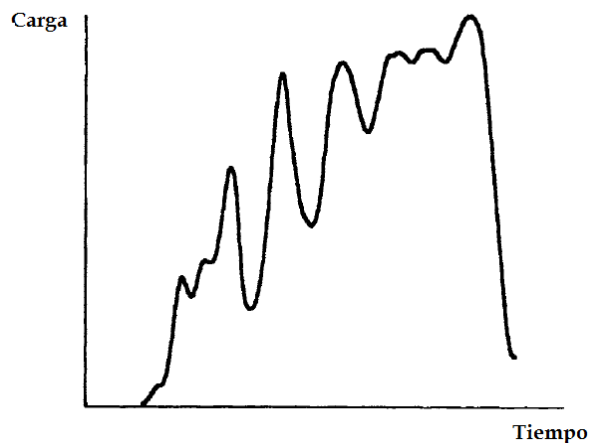


Fig. 4.5 Efectos dinámicos registrados tras realizar el ensayo.

Una manera de atenuar los efectos dinámicos es disminuir la velocidad del impacto, consiguiendo así la curva fuerza-desplazamiento sin interferencias. Otra solución posible, la aplicada en este proyecto, consiste en amortiguar la muestra. Al amortiguar la muestra, la curva fuerza-desplazamiento queda invalidada puesto que el material ha sido amortiguado y la rigidez obtenida no corresponde a la probeta, sino al conjunto probeta-amortiguación. Sin embargo, la carga máxima aplicada para romper la probeta queda correctamente registrada con despreciables errores experimentales.

Para amortiguar las probetas, se ha utilizado goma adhesiva de un milímetro de espesor.

## 4.5. Procedimiento Experimental.

En primer lugar se ha realizado la inyección de probetas de los materiales a ensayar.

Seguidamente, se han cortado con sierra los canales de distribución del material al molde, y se ha realizado un posterior pulido de las zonas de contacto entre los canales de distribución y la probeta para conseguir una superficie plana.

A continuación se ha marcado el centro dimensional de cada probeta para realizar posteriormente la pre-entalla.





Tras realizar la pre-entalla, se han medido las dimensiones L, W, y B de las probetas con un pie de rey digital.

A continuación se ha realizado la agudización de las muestras.

Tras la agudización se han realizado los ensayos de baja y media velocidad con los equipos pertinentes.

Una vez realizado el ensayo de baja velocidad se han realizado los ensayos de indentación.

Con las probetas ya fracturadas tras realizar los ensayos, se ha observado con el uso de lupa óptica la longitud de la entalla (a) de ambas partes que conformaban la probeta antes de romper.

Finalmente se han almacenado las curvas carga-desplazamiento obtenidas en los ensayos de baja y media velocidad para ser tratadas.

#### 4.6. Metodología de cálculo.

Para hallar los valores de  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  de los materiales ensayados a bajas velocidades, se ha seguido el protocolo que marca la normativa [7].

El protocolo propone un método de comprobación consistente en calcular el valor de  $E/(1-\nu)^2$  por distintas vías.

En primer lugar se calcula el valor de  $K_{IC}$  utilizando la fórmula:

$$K_{IC} = \frac{f \cdot P_{max}}{B \cdot W^{0.5}} \quad (Ec. 4.6.)$$

Donde " $P_{max}$ " corresponde a la carga máxima resistida por la probeta antes de romper, " $B$ " es el espesor de la probeta y " $W$ " es el alto de probeta.



“f” es el factor de intensidad de tensiones. Es un parámetro dimensional que adquiere diferente valor según el tipo de ensayo que se realice. Al realizar los ensayos de tipo SENB la ecuación que permite el cálculo del parámetro es la siguiente.

$$f = 6\alpha^{0,5} \cdot \frac{[1,99 - \alpha(1 - \alpha)(2,15 - 3,93\alpha + 2,7\alpha^2)]}{(1 + 2\alpha)(1 - \alpha)^{1,5}} \quad (\text{Ec. 4.7.})$$

Dónde:

$$\alpha = \frac{a}{W}$$

Una vez conocido el valor de  $K_{IC}$  se podría calcular  $G_{IC}$ , dando uso a la relación de Irwin para deformación plana expuesta anteriormente (Ec. 2.13). Sin embargo, en los materiales plásticos el uso de esta ecuación para determinar  $G_{IC}$  genera incertidumbre debido al comportamiento viscoelástico que presentan.

Se ha calculado la energía utilizada integrando el área bajo la curva carga-desplazamiento obtenida en los ensayos. Para realizar este cálculo se ha utilizado el software OriginPro 8.

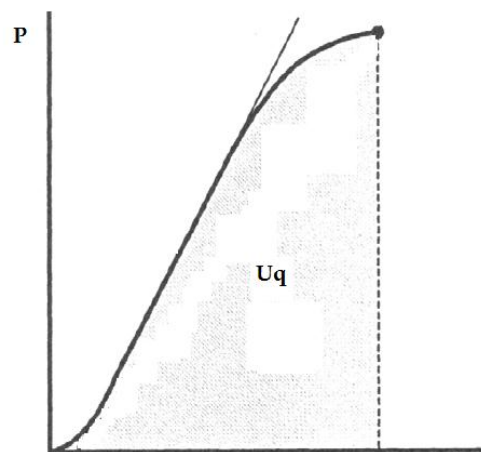


Fig. 4.6 Área bajo la curva carga-desplazamiento.



La energía obtenida ( $U_q$ ), no corresponde a la energía necesaria para propagar la fractura, ya que, en  $U_q$  reside la energía utilizada para indentar la muestra debido al grado de penetración del rodillo que realiza la carga en la probeta.

$U_q$  debe ser corregida para obtener  $U$  (energía para propagar la grieta). Esta corrección se estima a partir de la compliance ( $C$ ) corregida como se indica a continuación.

$$U_{corr} = 0,5 \cdot P_{max}^2 \cdot C_{corr} \quad (Ec. 4.8.)$$

$$U = U_q - U_{corr} \quad (Ec. 4.9.)$$

$$G_{IC} = \frac{U}{B \cdot W \cdot \phi} \quad (Ec. 4.10.)$$

La energía “ $U$ ” se divide por el área de propagación para obtener  $G_{IC}$  tal como se ha definido anteriormente. También viene afectado el denominador por el parámetro dimensional ( $\phi$ ) que para ensayos tipo SENB tiene la expresión siguiente.

$$\phi = \frac{A + 18,64}{dA/d\alpha} \quad (Ec. 4.11.)$$

$$A = \frac{16 \cdot \alpha^2}{(1 - \alpha)^2} [8,9 - 33,717\alpha + 79,616\alpha^2 - 112,952\alpha^3 + 84,815\alpha^4 - 25,672\alpha^5] \quad (Ec. 4.12.)$$



$$\frac{dA}{d\alpha} = \frac{16 \cdot \alpha^2}{(1 - \alpha)^2} [-33,717 + 159,232\alpha - 338,856\alpha^2 + 339,26\alpha^3 - 128,36\alpha^4] + 16[8,9 - 33,717\alpha + 79,616\alpha^2 - 112,952\alpha^3 - 84,815\alpha^4 - 25,672\alpha^5] \left[ \frac{2\alpha(1 - \alpha) + 2\alpha^2}{(1 - \alpha)^3} \right]$$

(Ec. 4.13.)

Tras calcular  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  se aplica la relación de Irwin en deformación plana (Ec. 2.13.).

El valor  $E/(1-\nu)^2$  se calcula a continuación, a partir de la compliance de la muestra a modo de comprobación.

La compliance ( $C_q$ ) corresponde a la inversa del pendiente de la curva carga-desplazamiento obtenida en el ensayo, es decir, a la inversa de la rigidez. Éste valor se ha obtenido con el programa Excel, buscando la línea de tendencia de la curva carga-desplazamiento en su zona elástica.

Como sucede en el cálculo de la energía,  $C_q$  está afectada por el fenómeno de indentación que se produce en la probeta. Por este motivo, la compliance real corresponde al valor obtenido tras aplicar una corrección  $C_{corr}$  en  $C_q$ .

Para calcular  $C_{corr}$ , utilizada para calcular la energía  $U$  y la compliance  $C$ , se utilizan las compliance obtenidas en los ensayos de indentación de la probeta ( $C_{spe}$ ) y las obtenidas de la máquina ( $C_{maq}$ ). Ambas compliance se han calculado también con el programa Excel.

$$C_i = (C_{spe} - C_{maq}) \quad (Ec. 2.14.)$$

$C_i$  corresponde a la compliance de indentación en el punto central de la probeta, dónde se realiza el ataque con la carga.

En la corrección de la compliance afectan los siguientes parámetros en proporción:



$$C_{corr} = C_{maq} + C_i \cdot 1,5 \quad (Ec. 2.15.)$$

Tras obtener  $C_{corr}$  se obtiene la compliance real (C).

$$C = C_q - C_{corr} \quad (Ec. 2.16.)$$

Finalmente se calcula  $E/(1-\nu)^2$ .

$$\frac{2 \cdot \emptyset \cdot f^2}{B \cdot C} = \frac{E}{(1 - \nu^2)} \quad (Ec. 2.17.)$$

Con los valores calculados  $E/(1-\nu)^2$  por distintas vías se realiza una comparación entre ambos. El cálculo realizado a partir de la compliance debe dar mayor con una diferencia máxima del 15%. En caso contrario los resultados no se considerarán correctos.





## 5. RESULTADOS Y DISCUSIONES.

Los resultados obtenidos en los ensayos y el posterior tratamiento de datos se exponen a continuación. La presentación de resultados se hace para cada material individualmente y cada ensayo realizado.

En un primer apartado se especifican las condiciones en que se han realizado los ensayos. Se exponen las variables básicas que según la norma deben ser mencionadas; velocidad y temperatura. También se especifica el span (distancia entre soportes) y el método de agudización utilizado para entallar las probetas pues es el principal tema de discusión en este capítulo.

En el segundo apartado del ensayo se presentan los resultados tras el tratamiento de datos que se expone en el capítulo 4.7. La tabla muestra las dimensiones de las probetas ensayadas y las longitudes de entalla. La longitud de entalla se ha medido en cada mitad de la probeta rota, así cada ejemplar presenta dos valores de entalla ( $a_1$  y  $a_2$ ) y se minimiza en mayor medida el error de medición experimental. Los valores de carga máxima alcanzados y la energía absorbida por la probeta se adjuntan también a las tablas. Una gran dispersión en las fuerzas o energías afecta en la dispersión de los valores  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  respectivamente. La tabla presenta los valores  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  que son los valores buscados para poder discutir los resultados ya que la búsqueda de obtener una entalla natural recae en poder calcular ambos parámetros con precisión. Los valores  $E/(1-\nu)^2$  calculados a través de los valores  $K$  y  $G$ , y mediante la compliance se exponen también, pues la norma especifica realizar una comparación entre ellos para dar los resultados obtenidos por buenos. También se incluyen en la tabla la compliance de la probeta ( $C_{spe}$ ), la máquina ( $C_{maq}$ ) para obtener  $E/(1-\nu)^2$  mediante la compliance. Se han obviado todas las variables intermedias utilizadas en el cálculo para aportar claridad en los resultados.

En el tercer apartado se hace una tabla resumen de los valores promedio y desviación de  $K_{IC}$ ,  $G_{IC}$  y  $E/(1-\nu)^2$ , ya que son los valores principales objeto de discusión.

En los ensayos de baja velocidad se presentan las curvas carga-desplazamiento como soporte gráfico. En los ensayos de media velocidad estas se obvian, pues al amortiguar la probeta la curva no corresponde al material ensayado.



Para concluir el apartado de cada material se someten a discusión los resultados presentados.

En el último punto del capítulo de cada material se hace una discusión general de todos los ensayos.

## 5.1. PSU

### 5.1.1. Ensayo 1

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	22 °C
SPAN	51 mm
Método de agudización	Deslizando cuchilla de afeitar (sliding)

Tabla 5.1 Condiciones del ensayo 1 de PSU.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0066	0,0131	0,0060	0,0061	215,9000	2589837,8654	2687330,6458
2	0,0066	0,0129	0,0058	0,0062	213,7000	2596107,8154	2831966,6550
3	0,0066	0,0128	0,0054	0,0056	234,6000	2652641,3878	2756703,6700
4	0,0067	0,0130	0,0058	0,0061	161,0000	1832779,5188	1955313,4592
5	0,0066	0,0130	0,0062	0,0059	220,9000	2828931,0416	2632793,9011
6	0,0066	0,0130	0,0061	0,0063	213,6000	2730513,2265	2845740,1473
7	0,0065	0,0129	0,0066	0,0064	147,1000	2170368,1871	2073628,1386
8	0,0065	0,0129	0,0064	0,0062	170,0000	2406027,6727	2279603,6568
9	0,0066	0,0130	0,0064	0,0067	170,4000	2337647,6901	2491873,1691
10	0,0066	0,0128	0,0061	0,0060	225,9000	2992095,8306	2927498,8316
11	0,0065	0,0128	0,0057	0,0058	180,7000	2197432,3205	2233528,1830
12	0,0065	0,0128	0,0058	0,0058	169,8000	2133772,5243	2136750,4486
13	0,0066	0,0129	0,0057	0,0056	235,1000	2827562,6495	2774909,4953
14	0,0066	0,0129	0,0060	0,0059	240,4000	2999438,2597	2963578,9834
15	0,0066	0,0129	0,0055	0,0054	186,8000	2063651,2404	2057315,9360
16	0,0067	0,0130	0,0061	0,0060	175,2000	2169222,2662	2128990,6320
17	0,0065	0,0128	0,0058	0,0058	163,4000	2039492,4468	2065737,8824
18	0,0063	0,0128	0,0063	0,0061	179,5000	2630484,2452	2537009,4774

Tabla 5.2 Resultados ensayo 1 de PSU.





Nº PROBETA	Uq (mJ)	G <sub>IC1</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	G <sub>IC2</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	64,2136	2,4052	2,4719	2,7887	2,9216
2	67,4198	2,5777	2,7487	2,6146	2,9177
3	81,6252	2,9528	3,0436	2,3830	2,4968
4	36,0715	1,2958	1,3603	2,5923	2,8106
5	69,7502	2,7563	2,6138	2,9035	2,6519
6	74,7983	3,0100	3,1010	2,4770	2,6115
7	37,4122	1,6874	1,6343	2,7915	2,6311
8	48,7174	2,1274	2,0470	2,7212	2,5386
9	52,8537	2,2720	2,3760	2,4052	2,6134
10	74,9541	3,0548	3,0064	2,9307	2,8506
11	45,9799	1,7485	1,7702	2,7616	2,8181
12	44,3013	1,7491	1,7510	2,6030	2,6075
13	75,6678	2,8403	2,7996	2,8149	2,7505
14	77,4731	2,9749	2,9484	3,0242	2,9788
15	52,4417	1,8659	1,8613	2,2823	2,2739
16	45,5903	1,7644	1,7401	2,6670	2,6047
17	45,8147	1,8263	1,8439	2,2776	2,3143
18	54,0911	2,4474	2,3849	2,8273	2,6988

Tabla 5.3 Resultados ensayo 1 de PSU.

Nº PROBETA	C <sub>maq</sub> (mm/N)	C <sub>spe</sub> (mm/N)	C <sub>q</sub> (mm/N)	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	0,0002	0,0003	0,0027	2,8314	2,9663
2	0,0002	0,0003	0,0028	2,7927	3,1164
3	0,0002	0,0003	0,0027	2,6030	2,7273
4	0,0002	0,0003	0,0028	2,6234	2,8442
5	0,0002	0,0003	0,0028	2,9708	2,7134
6	0,0002	0,0003	0,0031	2,6365	2,7796
7	0,0002	0,0003	0,0032	3,0716	2,8950
8	0,0002	0,0003	0,0031	2,9679	2,7687
9	0,0002	0,0003	0,0034	2,5826	2,8061
10	0,0002	0,0003	0,0029	2,9629	2,8820
11	0,0002	0,0003	0,0027	2,8439	2,9020
12	0,0002	0,0003	0,0029	2,7600	2,7648
13	0,0002	0,0003	0,0027	2,8891	2,8230
14	0,0002	0,0003	0,0026	3,1383	3,0913
15	0,0002	0,0003	0,0027	2,5405	2,5311
16	0,0002	0,0003	0,0029	2,7708	2,7061



17	0,0002	0,0003	0,0030	2,6614	2,7043
18	0,0002	0,0003	0,0033	2,8769	2,7462

Tabla 5.4 Resultados ensayo 1 de PSU.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$2,4605 \pm 0,3449 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$				
$G_{IC}$	$2,3016 \pm 0,5524 \text{ kJ/m}^2$				
$E/(1-\nu)^2$	$2,6654 \pm 0,2063 \text{ GPa}$	(Calculado a partir de K y G)			
$E/(1-\nu)^2$	$2,8137 \pm 0,1572 \text{ GPa}$	(Calculado a partir de la compliance)			

Tabla 5.5 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 1 de PSU.

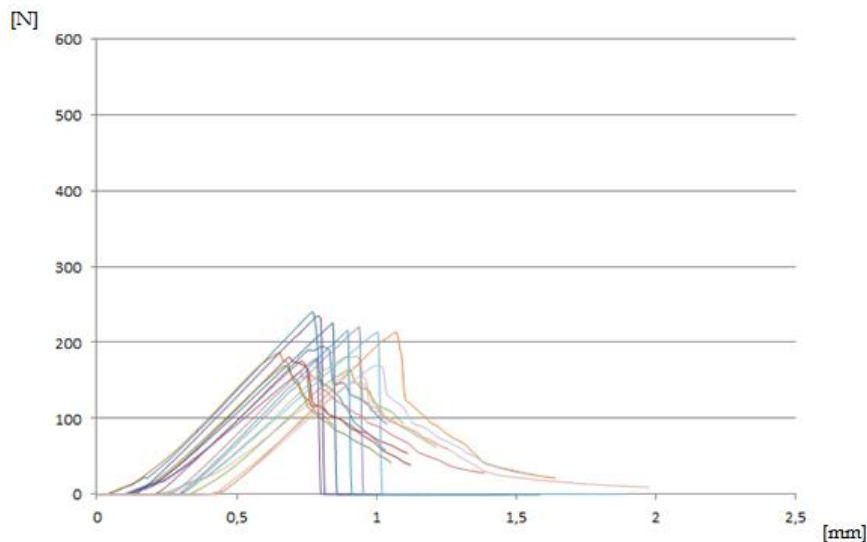
**Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:**

Fig. 5.1 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 1 de PSU.

**Discusión:**

Según la normativa de aplicación el resultado obtenido tras ensayar las 18 probetas de PSU es correcto. Las curvas obtenidas en el ensayo SENB cumplen la LEFM, y la diferencia entre los valores  $E/(1-\nu)^2$  calculados según la metodología de cálculo no exceden entre ellos un 15%. No obstante en la tabla 5.2 se observa que los valores registrados de  $K_C$  oscilan entre 1,8 en la probeta número 4 hasta 3,0 en la probeta número 13, una diferencia mayor a una unidad que dificulta la comprensión y obtención del resultado.

Observado la gráfica de la figura 5.1 se ve que algunas probetas rompen súbitamente, pues tras iniciarse la propagación de la grieta la carga que soportan cae rápidamente a cero. Destacan otro grupo de probetas en que la carga, una vez iniciada la propagación de la grieta, decrece gradualmente.



A continuación se han agrupado las probetas en dos grupos teniendo en cuenta este criterio y se han calculado de nuevo los parámetros a fractura.

El número de probetas que no disminuyen la resistencia a la carga progresivamente son la 1, 2, 3, 5, 6, 10, 13, 14 y 18. Los valores promedio y su desviación se presentan en la siguiente tabla.

$K_{IC}$	$2,7670 \pm 0,1451 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
$G_{IC}$	$2,7854 \pm 0,2455 \text{ kJ/m}^2$
$E/(1-\nu)^2$	$2,7579 \pm 0,1855 \text{ GPa}$ (Calculado a partir de K y G)
$E/(1-\nu)^2$	$2,8637 \pm 0,1560 \text{ GPa}$ (Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.6 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 1 de PSU.

Los números de probetas que disminuyen la resistencia a la carga progresivamente son la 4, 7, 8, 9, 11, 12, 15, 16 y 17. Los valores promedio y su desviación se presentan en la siguiente tabla.

$K_{IC}$	$2,1541 \pm 0,1581 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
$G_{IC}$	$1,8178 \pm 0,0511 \text{ kJ/m}^2$
$E/(1-\nu)^2$	$2,5730 \pm 0,2131 \text{ GPa}$ (Calculado a partir de K y G)
$E/(1-\nu)^2$	$2,7636 \pm 0,1458 \text{ GPa}$ (Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.7 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 1 de PSU.

En ambas tablas se observan diferencias numéricas que corresponden a la desviación obtenida en el ensayo inicial. Independientemente ambos grupos cumplen la normativa, sin embargo hay un valor menos correcto que otro, ya que si la normativa asegura reproducibilidad esta debería producirse.

Se ha proseguido a observar las entallas con lupa óptica para mayor comprensión de los resultados.

A continuación se muestran unas fotografías ilustrativas de una probeta representativa de cada grupo.



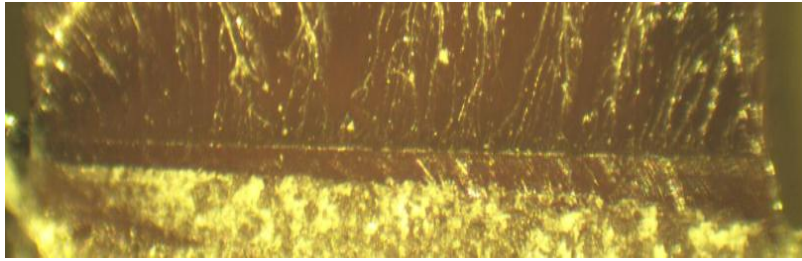


Fig. 5.2 Entalla de una probeta grupo 1.

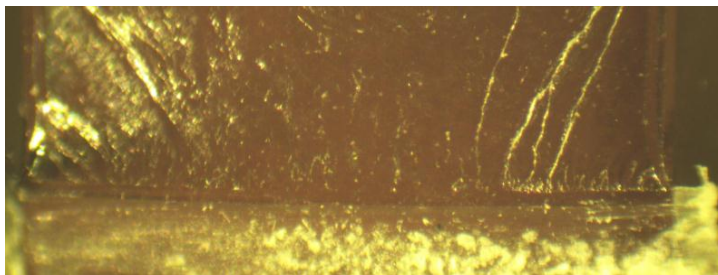


Fig. 5.3 Entalla de una probeta grupo 2.

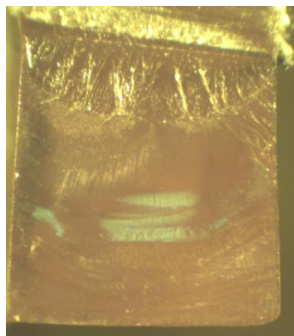


Fig. 5.4 Superficie de fractura de una probeta grupo 1.

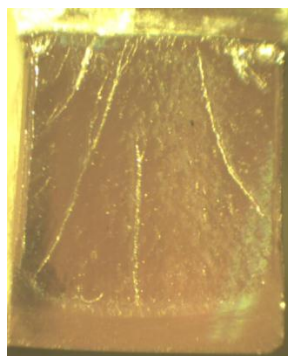


Fig. 5.5 Superficie de fractura de una probeta grupo 2.



Se observa que las entallas de las figuras 5.2 y 5.3 presentan un grosor parecido aunque la probeta del grupo 1 presenta una entalla menos homogénea con la zona de la derecha más ancha a causa de una mayor presión con la cuchilla en este punto al agudizar. En la figura 5.4 se observa que la entalla de la probeta correspondiente al grupo 1 esta torcida.

Se observa una agudización mejor en las probetas correspondiente al grupo 2. En este caso la carga ha disminuido progresivamente una vez alcanzado el máximo. La propagación de la grieta es estable y el valor de tenacidad a la fractura obtenido es más crítico. En el resto de probetas la propagación de la grieta se ha producido a altas velocidades puesto que se trata de una propagación inestable.

Haciendo referencia de nuevo a las figuras 5.4 y 5.5, se observa una diferencia clara en la superficie de fractura de ambas probetas; en propagaciones de grieta estable el PSU tiene líneas que nacen en la entalla y avanzan por toda la superficie de fractura de la probeta. En propagaciones inestables gran parte de la superficie de fractura esta nítida. Ésta evidencia permite reconocer de manera rápida y sencilla para el PSU si la propagación de la grieta es crítica o no y por lo tanto si la agudización se a realizado correctamente.

### 5.1.2. Ensayo 2

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	24 °C
SPAN	52 mm
Método de agudización	Tapping

Tabla 5.8 Condiciones del ensayo 2 de PSU.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0065	0,0129	0,0060	0,0058	265,0000	3441720,2461	3344227,3095
2	0,0066	0,0130	0,0059	0,0059	177,4000	2205077,1899	2175555,9343
3	0,0066	0,0130	0,0063	0,0063	217,5000	2927970,2992	2923083,0476
4	0,0066	0,0131	0,0060	0,0060	220,5000	2746100,1209	2747359,0677
5	0,0065	0,0128	0,0060	0,0061	191,3000	2498664,1901	2559393,6250
6	0,0066	0,0129	0,0060	0,0060	161,2000	2063343,5177	2055202,1218
7	0,0066	0,0126	0,0062	0,0061	241,5000	3457746,2255	3423709,4795



8	0,0066	0,0131	0,0058	0,0056	220,4000	2574226,4490	2505708,3433
---	--------	--------	--------	--------	----------	--------------	--------------

Tabla 5.9 Resultados ensayo 2 de PSU.

Nº PROBETA	$U_q$ (mJ)	$G_{IC\ 1}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$G_{IC\ 2}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	97,6495	3,8396	3,7582	3,0850	2,9758
2	56,1982	2,2109	2,1887	2,1993	2,1625
3	84,4222	3,5168	3,5126	2,4377	2,4325
4	74,7490	2,8881	2,8891	2,6111	2,6126
5	57,5057	2,3125	2,3536	2,6999	2,7832
6	41,1312	1,6268	1,6220	2,6171	2,6040
7	84,4274	3,5644	3,5394	3,3543	3,3118
8	61,5756	2,1967	2,1512	3,0167	2,9187

Tabla 5.10 Resultados ensayo 2 de PSU.

Nº PROBETA	$C_m$ (mm/N)	$C_{spe}$ (mm/N)	$C_Q$ (mm/N)	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	0,0001	0,0003	0,0027	3,1739	3,0615
2	0,0001	0,0003	0,0030	2,7057	2,6605
3	0,0001	0,0003	0,0034	2,5625	2,5570
4	0,0001	0,0003	0,0028	2,9117	2,9134
5	0,0001	0,0003	0,0030	2,8477	2,9356
6	0,0001	0,0003	0,0030	2,7601	2,7464
7	0,0001	0,0003	0,0028	3,4853	3,4412
8	0,0001	0,0003	0,0025	3,1265	3,0250

Tabla 5.11 Resultados ensayo 2 de PSU.

### Valores promedio y desviaciones:

$K_{IC}$	$2,7281 \pm 0,4907 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	
$G_{IC}$	$2,7607 \pm 0,7681 \text{ kJ/m}^2$	
$E / (1-\nu)^2$	$2,7389 \pm 0,3530 \text{ GPa}$	(Calculado a partir de K y G)
$E / (1-\nu)^2$	$2,9321 \pm 0,2782 \text{ GPa}$	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.12 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 2 de PSU.



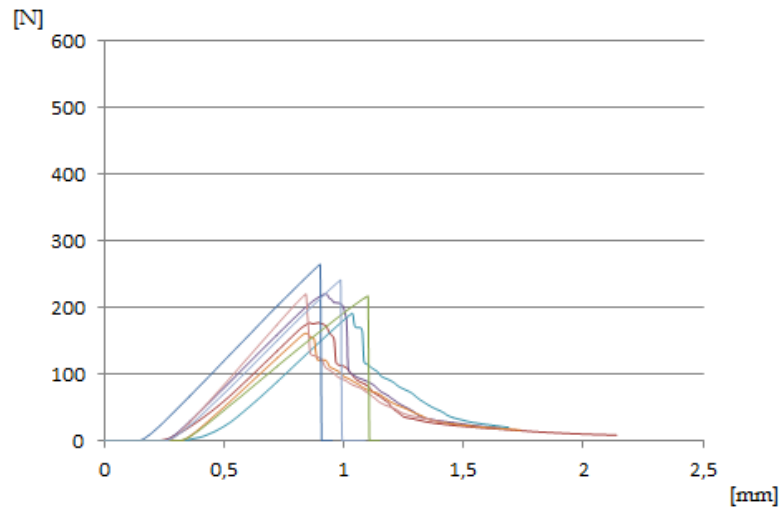
**Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:**

Fig. 5.6 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 2 de PSU.

**Discusión:**

Utilizando el método de agudización tapping, se han ensayado ocho probetas. Al comparar los valores de  $E/(1-\nu)^2$  se cumple la norma de aplicación. Sin embargo como ocurría en el ensayo 1, la tabla 5.12 refleja dispersión entre valores. En la gráfica de la figura 5.6 se observa que algunas probetas propagan la grieta de manera inestable y algunas otras de manera estable. De nuevo ocurre que se forman estos dos grupos de valores obtenidos en que la propagación estable va acompañada de valores más críticos de tenacidad a la fractura.

Se ha proseguido a observar con lupa óptica la entalla y superficie de fractura de una probeta representativa de cada grupo.

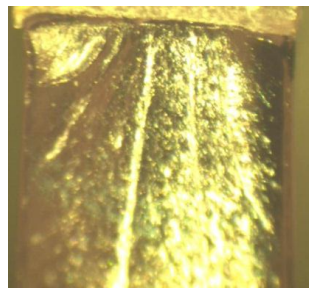


Fig. 5.7 Superficie de fractura de una probeta con propagación estable.





Fig. 5.8 Superficie de fractura de una probeta con propagación inestable.

La figura 5.8 corresponde al número de probeta 7 dónde se ha registrado el valor de  $K_{IC}$  más elevado. Se observa que la entalla no cubre la totalidad de espesor de la probeta y que esta torcida. En las probetas que se observa una entalla mal elaborada (1, 3, 4 y 7) la superficie de fractura es lisa y nítida como ha ocurrido en las probetas del ensayo 1. De nuevo se corrobora que en las probetas mal entalladas se produce una rotura inestable de la misma manera que ocurría con algunas probetas entalladas por el método sliding (ensayo 1).

### 5.1.3. Ensayo 3

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	22 °C
SPAN	51 mm
Método de agudización	Femtoláser

Tabla 5.13 Condiciones del ensayo 3 de PSU.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0065	0,0128	0,0063	0,0062	141,8000	1973963,2554	1896825,4836
2	0,0066	0,0129	0,0056	0,0057	189,2000	2168198,4336	2198519,6728
3	0,0065	0,0128	0,0065	0,0065	145,1000	2113499,4101	2119841,7001
4	0,0067	0,0130	0,0062	0,0061	178,4000	2271853,6305	2240058,0870
5	0,0065	0,0128	0,0058	0,0057	166,7000	2048507,9567	2021035,3903

Tabla 5.14 Resultados ensayo 3 de PSU.





Nº PROBETA	$U_q$ (mJ)	$G_{IC\ 1}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$G_{IC\ 2}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	38,4304	1,6815	1,6342	2,3173	2,2017
2	52,8655	1,9313	1,9522	2,4341	2,4760
3	40,8778	1,8512	1,8551	2,4129	2,4223
4	50,4094	2,0082	1,9878	2,5701	2,5244
5	48,2609	1,9063	1,8868	2,2014	2,1648

Tabla 5.15 Resultados ensayo 3 de PSU.

Nº PROBETA	$C_{maq}$ (mm/N)	$C_{spe}$ (mm/N)	$C_Q$ (mm/N)	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	0,0002	0,0003	0,0034	2,6396	2,5078
2	0,0002	0,0003	0,0029	2,4907	2,5335
3	0,0002	0,0003	0,0038	2,4863	2,4960
4	0,0002	0,0003	0,0031	2,6376	2,5907
5	0,0002	0,0003	0,0031	2,4960	2,4546

Tabla 5.16 Resultados ensayo 3 de PSU.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$2,1052 \pm 0,1201$ MPa·m <sup>1/2</sup>	
$G_{IC}$	$1,8695 \pm 0,1233$ kJ/m <sup>2</sup>	
$E / (1-\nu)^2$	$2,3725 \pm 0,1435$ GPa	(Calculado a partir de K y G)
$E / (1-\nu)^2$	$2,5333 \pm 0,0659$ GPa	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.17 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 3 de PSU.

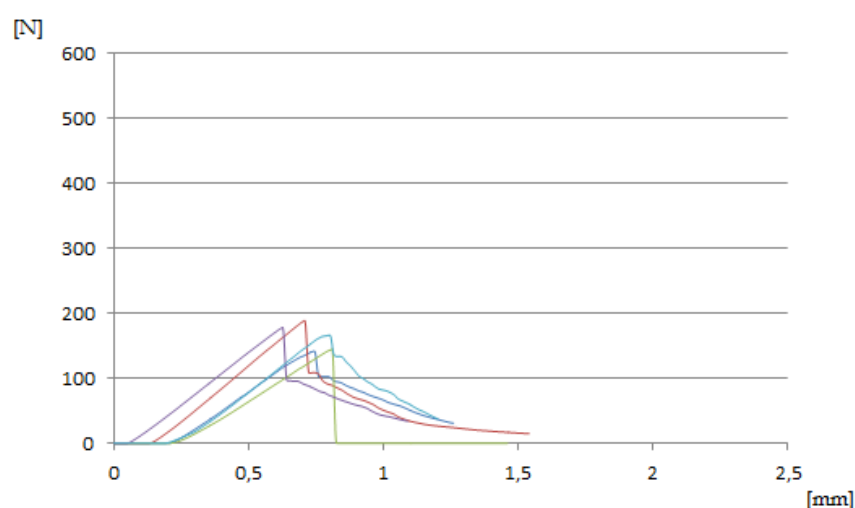
**Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:**

Fig. 5.9 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 3 de PSU.



**Discusión:**

Tras realizar el ensayo de 5 probetas agudizadas con femtoláser se han obtenido los valores de los parámetros a fractura más críticos y con menor dispersión entre los tres ensayos realizados a baja velocidad de sollicitación aunque el número de probetas empleadas sea menor. Cabe señalar que la probeta número 3 no ha reducido la carga progresivamente una vez iniciada la fracturación y sus resultados son del mismo orden que el resto de probetas que si lo ha hecho. El femtoláser es un método que genera un radio de curvatura en la grieta muy pequeño (5  $\mu\text{m}$ ), es un proceso automático que garantiza reproducibilidad y no daña el material [2].

**5.1.4. Ensayo 4****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 m/s
Temperatura	20 °C
SPAN	50,91 mm
Método de agudización	Deslizando cuchilla de afeitar (sliding)

Tabla 5.18 Condiciones del ensayo 4 de PSU.

**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
3	0,0066	0,0129	0,0061	0,0061	100,4900	1292013,0133	1307674,1898
4	0,0065	0,0128	0,0064	0,0064	197,4800	2832892,1017	2826576,1111
5	0,0065	0,0128	0,0067	0,0066	139,7200	2145970,0518	2086892,6541
6	0,0067	0,0130	0,0063	0,0062	155,3000	1993255,6846	1973571,4390
7	0,0066	0,0130	0,0062	0,0063	150,7300	1963316,9097	1994324,4723
8	0,0066	0,0130	0,0064	0,0064	163,9000	2198188,4491	2217351,9195
9	0,0065	0,0128	0,0066	0,0065	132,1900	2026452,0352	1983970,7195
10	0,0066	0,0129	0,0062	0,0062	134,6100	1805746,6157	1805746,6157
11	0,0066	0,0129	0,0064	0,0064	155,0300	2133606,2583	2128403,2663
12	0,0066	0,0129	0,0064	0,0064	182,9200	2481816,6392	2481816,6392
13	0,0065	0,0128	0,0066	0,0064	131,1200	1953326,5817	1894393,5470
14	0,0067	0,0129	0,0065	0,0065	170,0800	2383014,2467	2387735,7887
15	0,0066	0,0129	0,0065	0,0065	195,3300	2784186,1075	2802910,3961
16	0,0067	0,0129	0,0064	0,0063	142,4000	1931575,3993	1905550,6462
17	0,0065	0,0128	0,0068	0,0068	158,7900	2553285,9340	2551273,2588
18	0,0066	0,0129	0,0062	0,0062	198,8300	2668105,7076	2648334,9188
19	0,0066	0,0130	0,0070	0,0070	148,3100	2344252,8248	2308975,4816



20	0,0065	0,0128	0,0065	0,0064	156,9100	2296491,1739	2255214,8643
21	0,0065	0,0129	0,0066	0,0067	135,9600	2024640,0624	2062541,1342
22	0,0065	0,0128	0,0066	0,0066	171,1500	2600137,0768	2575057,2503
23	0,0065	0,0128	0,0062	0,0062	149,1200	2049181,9209	2048187,2410
24	0,0065	0,0128	0,0066	0,0065	203,4000	3116514,3400	3025737,3602

Tabla 5.19 Resultados ensayo 4 de PSU.

**Valores promedio y desviaciones:**

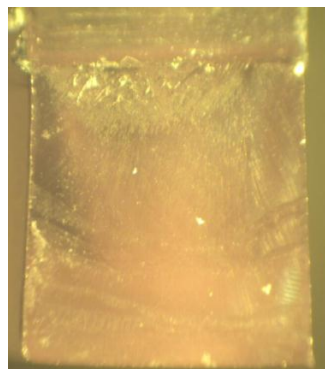
$K_{IC}$	$2,2466 \pm 0,3977 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
----------	--

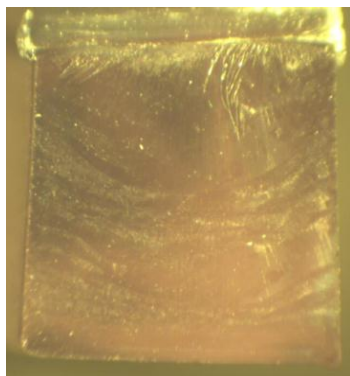
Tabla 5.20 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 4 de PSU.

**Discusión:**

El ensayo realizado a alta velocidad muestra una dispersión de valores grande. En las cargas máximas registradas por el péndulo instrumentado se observan diferencias de hasta 100 N entre probetas. Debido a la viscoelasticidad que tienen los materiales plásticos la  $K_C$  obtenida cambia según la velocidad de aplicación de carga y temperatura a la que se realiza el ensayo. A la velocidad aplicada, la  $K_C$  debería dar un valor más crítico y por lo tanto menor que los valores obtenidos a baja velocidad. Esta premisa no se cumple. Así pues se concluye que el método de agudización sliding no es eficaz para ensayar el PSU a altas velocidades.

A alta velocidad no se observan diferencias apreciables entre las superficies de fractura de las probetas. La velocidad aplicada genera propagaciones de grieta inestables en todas las probetas.

Fig. 5.10 Superficie de fractura de una probeta con  $K_C$  de valor elevado.

Fig. 5.11 Superficie de fractura de una probeta con  $K_{IC}$  de valor bajo.

### 5.1.5. Ensayo 5

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 m/s
Temperatura	20 °C
SPAN	50,91 mm
Método de agudización	Femtoláser

Tabla 5.21 Condiciones del ensayo 5 de PSU.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0064	0,0126	0,0061	0,0062	131,9200	1893307,7572	1916754,6380
2	0,0065	0,0128	0,0061	0,0062	133,8100	1811460,0211	1824186,0067
3	0,0064	0,0127	0,0062	0,0063	139,4500	1997497,3717	2007365,2527
4	0,0064	0,0127	0,0062	0,0061	138,1000	1933143,7966	1918639,5878
5	0,0063	0,0127	0,0062	0,0061	128,7000	1839896,1838	1826490,8279
6	0,0064	0,0127	0,0060	0,0061	134,8800	1850022,7575	1874722,7534
7	0,0064	0,0126	0,0062	0,0063	132,1900	1933267,6911	1953147,8267
8	0,0065	0,0128	0,0068	0,0066	119,3000	1913543,6102	1839221,4250

Tabla 5.22 Resultados ensayo 5 de PSU.

#### Valores promedio y desviaciones:

$K_{IC}$	$1,8958 \pm 0,0611 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$
----------	--

Tabla 5.23 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 5 de PSU.



**Discusión:**

El valor de  $K_C$  obtenido a altas velocidades de aplicación de carga es menor que el obtenido a baja velocidad como es de esperar. Se observa una dispersión entre valores inapreciable. La agudización con femtoláser da buenos resultados de tenacidad a la fractura a media velocidad.

**5.1.6. Discusión ensayos PSU**

El método de agudización de las probetas de PSU es un factor de gran incidencia en los resultados obtenidos.

Se observa que todos los ensayos realizados a baja velocidad cumplen la normativa de aplicación. Sin embargo los resultados obtenidos disciernen bastante entre ellos.

El método de mayor precisión es la agudización con femtoláser tanto a bajas como a medias velocidades. Los métodos de agudización tradicionales que pauta la normativa, en éste caso el sliding y el tapping, presentan probetas bien entalladas y probetas mal entalladas. Por este motivo las dispersiones obtenidas son mayores agudizando con estos métodos y es necesario hacer un posterior proceso de selección de los resultados a tener en cuenta y los resultados a descartar.

Un proceso sencillo para filtrar resultados es observar la superficie de fractura con lupa óptica. En el caso del PSU ensayado a velocidad de 1mm/min el valor más óptimo corresponde a la observación de rallas perpendiculares a la entalla en la superficie de fractura. Otro aspecto a tener en cuenta es que la propagación de la grieta en la gráfica carga-desplazamiento se observe estable.

Según los resultados obtenidos a baja velocidad, se consiguen mejores resultados agudizando con sliding que con tapping en el caso del PSU, teniendo en cuenta los resultados obtenidos en las probetas bien entalladas para ambos métodos.

En los ensayos realizados a alta velocidad, el sliding no se considera un buen método de agudización para el PSU. Unas 6 probetas de las 22 probetas ensayadas han dado resultados parecidos al femtoláser. En este caso, al no disponer de la gráfica carga-desplazamiento debido a la amortiguación de las probetas, y que todas las propagaciones de grieta son inestables debido a la velocidad en que se aplica la carga, no es posible



basarse en un criterio de separación visual mediante lupa óptica para determinar qué probetas han estado bien entalladas y cuales no con seguridad.

## 5.2. PETG

### 5.2.1. Ensayo 6

Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	22 °C
SPAN	72,4 mm
Método de agudización	Presionando cuchilla de afeitar

Tabla 5.24 Condiciones del ensayo 6 de PETG.

Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
3	0,0083	0,0182	0,0091	0,0091	505,4000	4741079,3611	4730370,7846
2	0,0085	0,0182	0,0091	0,0090	522,6000	4827372,9788	4765762,8584
5	0,0083	0,0181	0,0090	0,0089	505,2000	4733777,1433	4710023,2912
7	0,0084	0,0182	0,0092	0,0092	465,6000	4422863,8277	4433788,5966
6	0,0084	0,0182	0,0091	0,0090	371,7000	3492618,8781	3444315,4930
10	0,0083	0,0182	0,0094	0,0094	314,4000	3155703,7204	3124067,7383
13	0,0084	0,0182	0,0087	0,0087	335,7000	2952391,8569	2951892,3852
9	0,0083	0,0182	0,0092	0,0091	283,9000	2742389,3242	2718384,9955
4	0,0078	0,0181	0,0090	0,0090	264,9000	2683569,5657	2669981,7529
11	0,0085	0,0183	0,0090	0,0090	262,1000	2346157,0329	2361066,3074
15	0,0082	0,0183	0,0095	0,0095	245,3000	2498101,1114	2489575,9069
14	0,0084	0,0181	0,0093	0,0092	248,2000	2424279,8848	2397279,5125
12	0,0084	0,0181	0,0093	0,0093	237,9000	2366300,2473	2334730,9792
16	0,0088	0,0182	0,0087	0,0087	251,5000	2131640,5858	2121176,2521

Tabla 5.25 Resultados ensayo 6 de PETG.

Nº PROBETA	$U_q$ (mJ)	$G_{IC1}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$G_{IC2}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$E_1/(1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2/(1-\nu)^2$ (GPa)
3	522,9260	13,0126	12,9919	1,7274	1,7223
2	522,4990	12,7098	12,5952	1,8335	1,8033
5	502,7850	12,4674	12,4230	1,7974	1,7857



7	422,5970	10,5256	10,5438	1,8585	1,8645
6	244,4440	5,9863	5,9278	2,0377	2,0013
10	181,3930	4,6772	4,6447	2,1291	2,1013
13	180,9110	4,1728	4,1723	2,0889	2,0885
9	137,0238	3,4162	3,3952	2,2015	2,1765
4	117,5150	3,0775	3,0665	2,3401	2,3247
11	115,9440	2,7221	2,7344	2,0221	2,0387
15	110,3450	2,8882	2,8814	2,1607	2,1510
14	107,7600	2,7077	2,6867	2,1705	2,1391
12	101,9050	2,6045	2,5803	2,1499	2,1125
16	97,0710	2,1402	2,1326	2,1231	2,1098

Tabla 5.26 Resultados ensayo 6 de PETG.

Nº PROBETA	C <sub>m</sub> (mm/N)	C <sub>spe</sub> (mm/N)	pendient e	C <sub>Q</sub> (mm/N)	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
3	0,0001	0,0003	311,1300	0,0032	2,2616	2,2550
2	0,0001	0,0003	317,8800	0,0031	2,2825	2,2449
5	0,0001	0,0003	317,1400	0,0032	2,3050	2,2901
7	0,0001	0,0003	306,5800	0,0033	2,2675	2,2748
6	0,0001	0,0003	308,8200	0,0032	2,2510	2,2107
10	0,0001	0,0003	291,1800	0,0034	2,2929	2,2629
13	0,0001	0,0003	330,1500	0,0030	2,2315	2,2310
9	0,0001	0,0003	306,6700	0,0033	2,3075	2,2813
4	0,0001	0,0003	306,2300	0,0033	2,4078	2,3920
11	0,0001	0,0003	301,8300	0,0033	2,0650	2,0819
15	0,0001	0,0003	280,9300	0,0036	2,2338	2,2238
14	0,0001	0,0003	293,0600	0,0034	2,2320	2,1997
12	0,0001	0,0003	284,1900	0,0035	2,2061	2,1677
16	0,0001	0,0003	332,4700	0,0030	2,1726	2,1589

Tabla 5.27 Resultados ensayo 6 de PETG.

**Valores promedio y desviaciones:**

K <sub>IC</sub>	3,2418 ± 0,9834 MPa·m <sup>1/2</sup>	
G <sub>IC</sub>	5,9244 ± 4,1599 kJ/m <sup>2</sup>	
E / (1-ν) <sup>2</sup>	2,0378 ± 0,1723 GPa	(Calculado a partir de K y G)
E / (1-ν) <sup>2</sup>	2,2426 ± 0,0741 GPa	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.28 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 6 de PETG.



### Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:

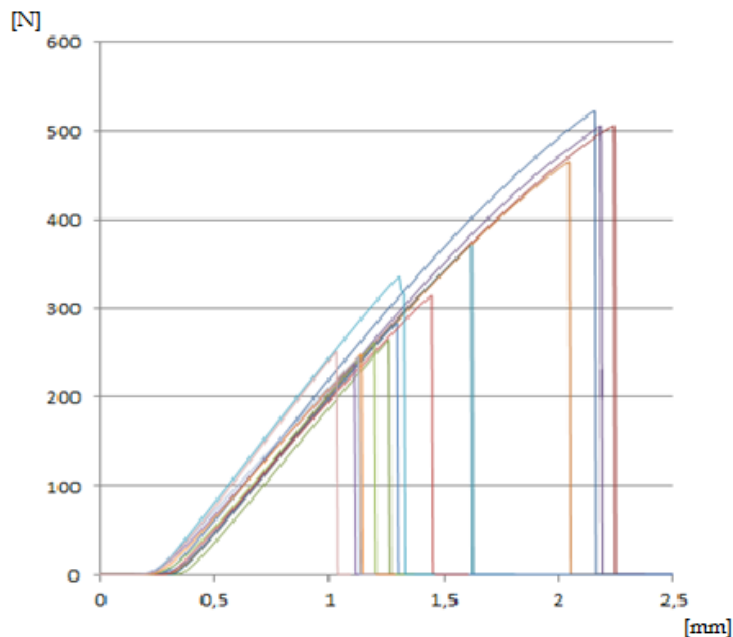


Fig. 5.12 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 6 de PETG.

### Discusión:

Las probetas ensayadas cumplen la normativa de aplicación. Sin embargo, se observan valores muy distintos entre probetas, demostrándose la falta de reproducibilidad del método.

En la gráfica 5.12 se observa que los valores tienden a formar dos poblaciones claras. A continuación se realiza la agrupación de ambas.

Los números de probeta que dan valores de tenacidad a la fractura más bajos (grupo 1) son 4, 9, 11, 12, 14, 15, 16. Los valores promedio y su desviación se presentan en la siguiente tabla.

$K_{IC}$	$2,4489 \pm 0,1993 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
$G_{IC}$	$2,7881 \pm 0,3816 \text{ kJ/m}^2$
$E/(1-\nu)^2$	$2,1586 \pm 0,0886 \text{ GPa}$ (Calculado a partir de K y G)
$E/(1-\nu)^2$	$2,2236 \pm 0,0995 \text{ GPa}$ (Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.29 Promedio y desviación de los parámetros de fractura grupo 1.





Los valores obtenidos siguen cumpliendo la normativa. Los parámetros a la fractura son más críticos y la dispersión de los valores ha disminuido.

Los números de probeta que dan valores de tenacidad a la fractura más altos (grupo 2) son 2, 3, 5, 7. Los valores promedio y su desviación se presentan en la siguiente tabla.

$K_{IC}$	$4,6706 \pm 0,1536$	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
$G_{IC}$	$12,1587 \pm 1,0252$	$\text{kJ/m}^2$	
$E/(1-\nu)^2$	$1,7991 \pm 0,05374$	GPa	(Calculado a partir de K y G)
$E/(1-\nu)^2$	$2,2727 \pm 0,0196$	GPa	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.30 Promedio y desviación de los parámetros de fractura grupo 2.

Los valores obtenidos no cumplen la normativa. Los parámetros  $E/(1-\nu)^2$  difieren entre sí más de un 15%. Éstos valores no se dan por buenos, así que se considera correcta la población que da valores de  $K_C$  más bajos.

Se analizaron las superficies de fractura con lupa óptica para ver si las poblaciones presentaban diferencias entre sí que permitieran discernir los valores correctos de los incorrectos.

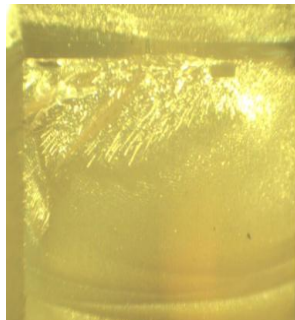


Fig. 5.13 Superficie de fractura de una probeta con entalla correcta.



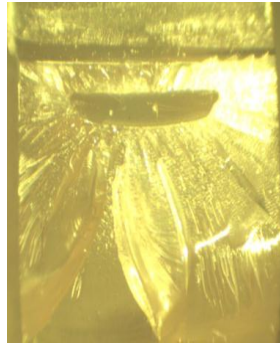


Fig. 5.14 Superficie de fractura de una probeta con entalla incorrecta.

Las diferencias que muestran las superficies de fractura son importantes. Debe tenerse en cuenta que la figura 5.13 y la 5.14 corresponden a los casos extremos entre las dos poblaciones. Sin embargo, al observar probetas con valores intermedios, las superficies se asemejan más a una figura o a la otra en función de la proximidad de su valor de tenacidad a la fractura.

Una diferencia muy clara es la “zona espejo” que se observa en la figura 5.14 debajo de la entalla. En entallas correctas ésta zona no existe o bien presenta una forma muy alargada de espesor más fino situándose más próxima a la entalla. En entallas incorrectas la “zona espejo” se ubica como se observa en la figura 5.14. Como peor es la iniciación de la grieta, la “zona espejo” más alejada está de la entalla y presenta un espesor mayor y longitud menor.

Otra diferencia a destacar, es que en entallas correctas la superficie de fractura es nítida, mientras que en entallas incorrectas la superficie de fractura presenta tonalidades de color blanco y pequeños relieves. Estas zonas blancas van en aumento proporcionalmente a lo mal entallada que está la probeta.

En la figura 5.13 la parte final de la entalla es recta; en la figura 5.14 la parte final de la entalla también es recta pero esta no se cubre en toda su totalidad.



### 5.2.2. Ensayo 7

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	24 °C
SPAN	72,4 mm
Método de agudización	Tapping

Tabla 5.31 Condiciones del ensayo 7 de PETG.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0084	0,0181	0,0092	0,0092	283,1000	2745981,7235	2741127,5044
5	0,0083	0,0182	0,0085	0,0085	280,4000	2415959,6563	2422797,0364
6	0,0084	0,0181	0,0084	0,0083	319,0000	2668538,3855	2625461,5571
7	0,0084	0,0182	0,0084	0,0084	332,2000	2763887,7114	2773896,3179
9	0,0082	0,0181	0,0087	0,0087	336,7000	3075066,4409	3061543,5101
2	0,0083	0,0182	0,0086	0,0086	534,4000	4680324,4706	4684257,2310
3	0,0084	0,0181	0,0089	0,0088	541,2000	4997376,4849	4952815,1125
4	0,0083	0,0182	0,0082	0,0083	621,8000	5059300,3331	5071612,2897
8	0,0082	0,0182	0,0083	0,0082	657,7000	5573572,2266	5512968,0892
10	0,0084	0,0182	0,0084	0,0084	677,8000	5717812,9296	5756692,8163

Tabla 5.32 Resultados ensayo 7 de PETG.

Nº PROBETA	Uq (mJ)	$G_{IC1}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$G_{IC2}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	147,5303	3,6678	3,6633	2,0558	2,0511
5	118,5030	2,6390	2,6445	2,2118	2,2197
6	157,0896	3,4219	3,3807	2,0810	2,0390
7	160,1956	3,4470	3,4563	2,2162	2,2262
9	187,2178	4,4269	4,4129	2,1360	2,1240
2	543,5624	12,6230	12,6307	1,7354	1,7372
3	620,9906	15,1527	15,0563	1,6481	1,6292
4	742,3561	16,3499	16,3799	1,5655	1,5703
8	1217,1979	28,8054	28,5700	1,0784	1,0638
10	1244,5175	29,0948	29,2409	1,1237	1,1333

Tabla 5.33 Resultados ensayo 7 de PETG.

Nº PROBETA	$C_m$ (mm/N)	$C_{spe}$ (mm/N)	$C_Q$ (mm/N)	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	0,0001	0,0003	0,0036	2,0893	2,0845



5	0,0001	0,0003	0,0029	2,2832	2,2914
6	0,0001	0,0003	0,0028	2,2995	2,2530
7	0,0001	0,0003	0,0028	2,3527	2,3634
9	0,0001	0,0003	0,0031	2,2942	2,2813
2	0,0001	0,0003	0,0034	1,9532	1,9553
3	0,0001	0,0003	0,0037	1,9145	1,8925
4	0,0001	0,0003	0,0033	1,8634	1,8691
8	0,0001	0,0003	0,0030	2,2106	2,1806
10	0,0001	0,0003	0,0029	2,2481	2,2674

Tabla 5.34 Resultados ensayo 7 de PETG.

### Valores promedio y desviaciones:

$K_{IC}$	$3,9650 \pm 1,2072$	$MPa \cdot m^{1/2}$	
$G_{IC}$	$11,9532 \pm 10,0724$	$kJ/m^2$	
$E / (1-\nu)^2$	$1,7823 \pm 0,4173$	GPa	(Calculado a partir de K y G)
$E / (1-\nu)^2$	$2,1474 \pm 0,1763$	GPa	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.35 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 7 de PETG.

### Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:

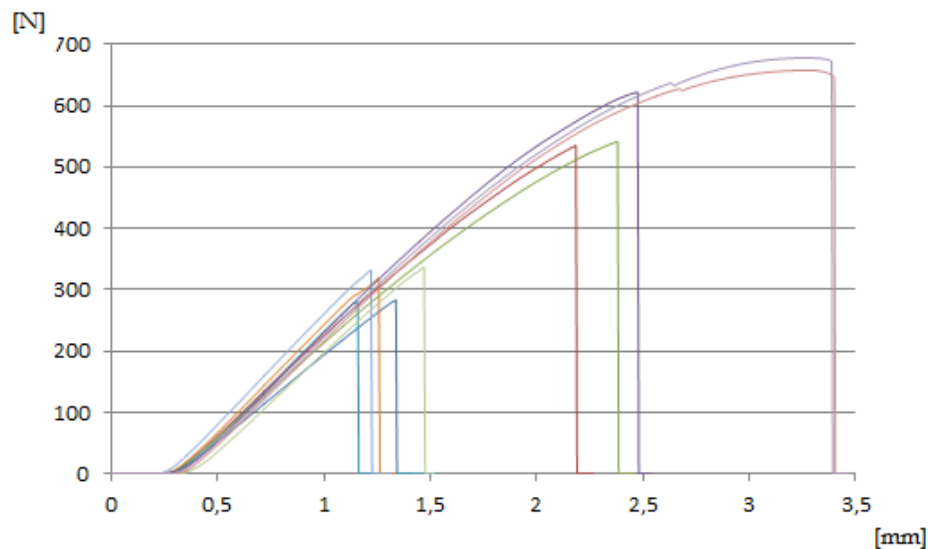


Fig. 5.15 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 7 de PETG.

### Discusión:

Como se observa en la figura 5.15 las probetas 8 y 10, las que soportan una carga mayor, no cumplen la LEFM. La mala agudización ha permitido a ambas probetas plastificarse



antes de romper. Estas probetas afectan en los resultados obtenidos provocando una gran disparidad de resultado e impidiendo que se cumpla la restricción del 15% entre módulos.

Sin embargo, si eliminamos la probeta 8 y 10 de los resultados, continuamos observando dos poblaciones bien claras. En este segundo caso se cumple la normativa pero al tener dos poblaciones hay una cierta dispersión en los resultados.

A continuación se han observado las entallas y superficies de fractura de probetas de distinta población.

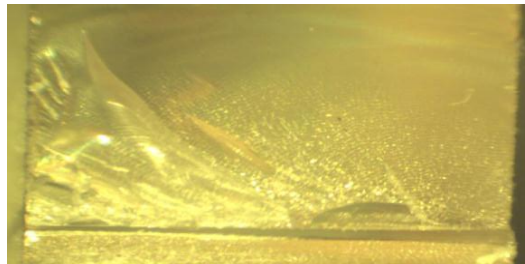


Fig. 5.16 Superficie de fractura de una probeta con entalla correcta.

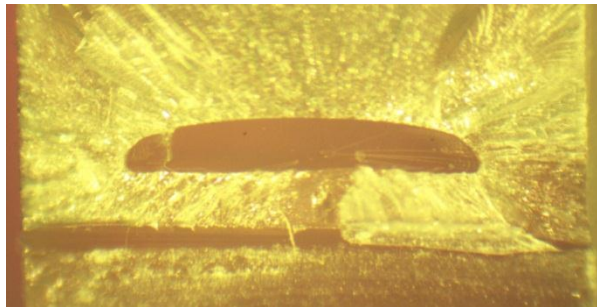


Fig. 5.17 Superficie de fractura de una probeta con entalla incorrecta.

En la figura 5.16 la entalla es recta, con un grosor homogéneo y ocupa todo el espesor de la probeta. La superficie de fractura es nítida y lisa.

En la figura 5.17 la entalla no ocupa todo el espesor de la probeta. La superficie de fractura tiene una “zona espejo” grande a cierta separación de la entalla. Se observa una superficie de fractura blanca y rugosa.

Haciendo una criba mediante lupa óptica observando las entallas y las superficies de fractura se han separado las probetas que han sido bien agudizadas y las que no.



Las probetas que tienen una entalla recta, de espesor homogéneo y una superficie de fractura más o menos lisa y nítida son las probetas 1, 5, 6, 7, y 9. A continuación se presentan los resultados del conjunto.

$K_{IC}$	$2,7294 \pm 0,2211$ MPa·m <sup>1/2</sup>
$G_{IC}$	$3,5160 \pm 0,6003$ kJ/m <sup>2</sup>
$E/(1-\nu)^2$	$2,1361 \pm 0,0771$ GPa (Calculado a partir de K y G)
$E/(1-\nu)^2$	$2,2593 \pm 0,0966$ GPa (Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.36 Promedio y desviación probetas 1, 5, 6, 7 y 9.

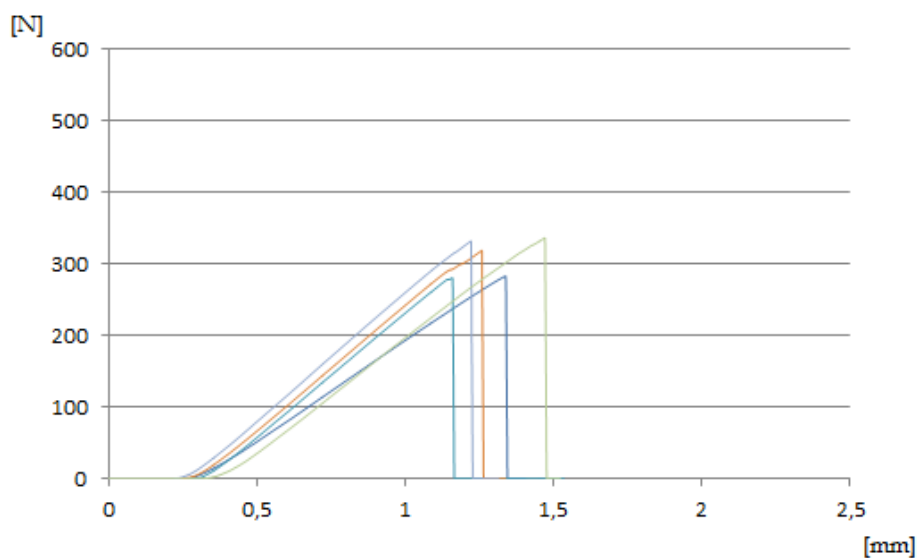


Fig. 5.18 Gráfica carga-desplazamiento probetas 1, 5, 6, 7 y 9. .

### 5.2.3. Ensayo 8

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/s
Temperatura	25 °C
SPAN	72,6 mm
Método de agudización	Femtoláser

Tabla 5.37 Condiciones del ensayo 8 de PETG.



**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0083	0,0182	0,0089	0,0089	252,2000	2319019,1987	2323403,4657
2	0,0083	0,0182	0,0085	0,0088	236,0000	2025798,1442	2137070,4374
3	0,0084	0,0182	0,0090	0,0090	232,0000	2152324,4309	2156797,5499
4	0,0081	0,0181	0,0090	0,0090	223,5000	2155264,1171	2154141,3117
5	0,0083	0,0182	0,0094	0,0093	250,1000	2475640,1066	2466815,3583

Tabla 5.38 Resultados ensayo 8 de PETG.

Nº PROBETA	Uq (mJ)	G <sub>IC 1</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	G <sub>IC 2</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	104,0418	2,4369	2,4402	2,2069	2,2122
2	89,5167	1,9888	2,0673	2,0635	2,2092
3	88,5142	2,0742	2,0772	2,2334	2,2394
4	84,2285	2,0641	2,0633	2,2504	2,2489
5	113,0221	2,8229	2,8160	2,1711	2,1610

Tabla 5.39 Resultados ensayo 8 de PETG.

Nº PROBETA	C <sub>m</sub> (mm/N)	C <sub>spe</sub> (mm/N)	C <sub>Q</sub> (mm/N)	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	0,0002	0,0003	0,0032	2,2464	2,2519
2	0,0002	0,0003	0,0031	2,1381	2,2891
3	0,0001	0,0003	0,0032	2,3086	2,3148
4	0,0002	0,0003	0,0033	2,3116	2,3100
5	0,0002	0,0003	0,0035	2,2497	2,2392

Tabla 5.40 Resultados ensayo 8 de PETG.

**Valores promedio y desviaciones:**

K <sub>IC</sub>	2,2366 ± 0,1512 MPa·m <sup>1/2</sup>	
G <sub>IC</sub>	2,2851 ± 0,3230 kJ/m <sup>2</sup>	
E / (1-ν) <sup>2</sup>	2,1996 ± 0,0566 GPa	(Calculado a partir de K y G)
E / (1-ν) <sup>2</sup>	2,2659 ± 0,0544 GPa	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.41 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 8 de PETG.



### Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:

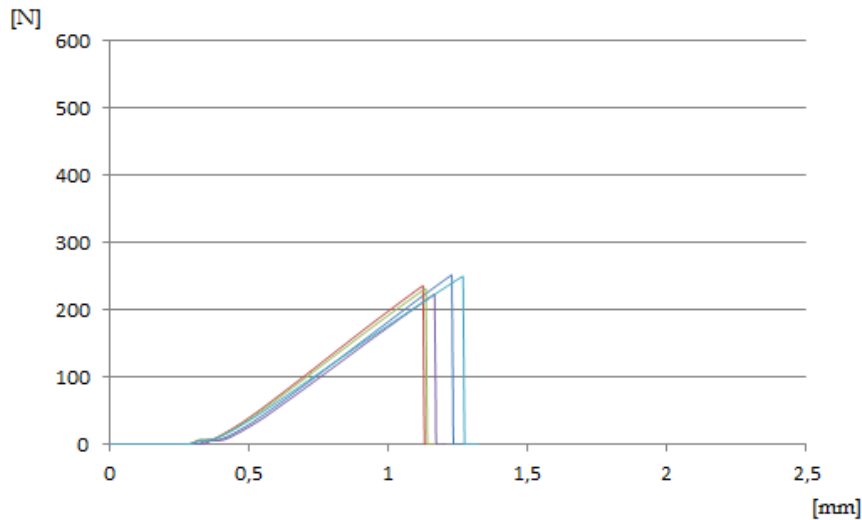


Fig. 5.19 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 8 de PETG.

### Discusión:

Tras realizar el ensayo de 5 probetas agudizadas con femtoláser se han obtenido los valores de los parámetros a fractura más críticos y con menor dispersión entre los tres ensayos realizados a baja velocidad de sollicitación aunque el número de probetas empleadas es menor.

### 5.2.4. Ensayo 9

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 m/s
Temperatura	22 °C
SPAN	72,4 mm
Método de agudización	Presionando cuchilla de afeitar

Tabla 5.42 Condiciones del ensayo 9 de PETG.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0083	0,0184	0,0085	0,0086	191,3000	1596334,5391	1613734,8211
2	0,0083	0,0182	0,0095	0,0094	155,8400	1593897,6400	1570380,6411
3	0,0084	0,0178	0,0090	0,0089	165,7800	1630607,3190	1589641,8515
4	0,0084	0,0182	0,0091	0,0091	180,5600	1675289,2884	1687607,1173





5	0,0085	0,0182	0,0091	0,0090	173,5700	1570760,0748	1565877,1460
6	0,0083	0,0182	0,0086	0,0085	180,0200	1571727,0446	1535975,1756
7	0,0084	0,0181	0,0088	0,0088	171,4200	1536624,6907	1542153,9519
8	0,0085	0,0181	0,0088	0,0086	178,9400	1573993,2352	1532211,7241
9	0,0083	0,0182	0,0093	0,0093	151,2700	1486332,6233	1473682,8297
10	0,0084	0,0182	0,0088	0,0082	175,4500	1570874,3405	1415690,6213

Tabla 5.43 Resultados ensayo 9 de PETG.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$1,5667 \pm 0,0635 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
----------	--

Tabla 5.44 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 8 de PETG.

**Discusión:**

Los valores de tenacidad a la fractura son menores a los obtenidos en los ensayos realizados a baja velocidad. La dispersión de valores entre probetas es muy pequeña.

**5.2.5. Ensayo 10****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 m/s
Temperatura	22 °C
SPAN	72,2 mm
Método de agudización	Deslizando cuchilla de afeitar (sliding)

Tabla 5.45 Condiciones del ensayo 10 de PETG.

**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1} \text{ (N m}^{3/2}\text{)}$	$K_{IC2} \text{ (N m}^{3/2}\text{)}$
3a	0,0083	0,0182	0,0087	0,0087	174,3800	1519509,2242	1532599,6714
4a	0,0083	0,0181	0,0085	0,0086	195,3300	1674137,6710	1714393,3848
5a	0,0083	0,0182	0,0087	0,0086	214,9500	1915726,9924	1861281,4231
6a	0,0085	0,0185	0,0083	0,0084	209,5700	1612135,9034	1661947,4324
7a	0,0083	0,0181	0,0086	0,0084	161,2100	1409780,7046	1368546,2185

Tabla 5.46 Resultados ensayo 10 de PETG.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$1,6270 \pm 0,1776 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
----------	--

Tabla 5.47 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 10 de PETG.



**Discusión:**

Los valores de tenacidad a la fractura son menores a los obtenidos en los ensayos a baja velocidad de sollicitación de carga. La dispersión de valores entre probetas es pequeña.

**5.2.6. Ensayo 11****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 m/s
Temperatura	27 °C
SPAN	72,2 mm
Método de agudización	Femtoláser

Tabla 5.48 Condiciones del ensayo 11 de PETG.

**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0080	0,0173	0,0088	0,0088	155,0300	1676743,5188	1679239,9426
2	0,0083	0,0181	0,0085	0,0085	197,7500	1711014,9251	1710728,3925
3	0,0084	0,0182	0,0091	0,0091	152,6100	1421059,0393	1419576,0387
4	0,0083	0,0181	0,0091	0,0091	181,0900	1748540,7240	1746073,7492
5	0,0083	0,0181	0,0088	0,0088	185,6600	1689734,2037	1687125,7254
6	0,0082	0,0183	0,0090	0,0090	180,0200	1673565,3296	1671554,3811
7	0,0084	0,0181	0,0090	0,0090	163,0900	1527009,3851	1525678,0776

Tabla 5.49 Resultados ensayo 11 de PETG.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$1,6348 \pm 0,1126 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$
----------	--

Tabla 5.50 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 11 de PETG.

**Discusión:**

El valor de tenacidad a fractura obtenido es muy parecido al de los dos anteriores ensayos. Se observa que al agudizar utilizando pressing el valor de K obtenido es menor que el obtenido agudizando con femtoláser; este aspecto puede asociarse al incremento de temperatura de 5°C entre ambos ensayos.



### 5.2.7. Ensayo 12

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 m/s
Temperatura	27 °C
SPAN	72,2 mm
Método de agudización	Tapping

Tabla 5.51 Condiciones del ensayo 12 de PETG.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0083	0,0181	0,0095	0,0095	183,7800	1879700,7262	1876288,3112
2	0,0083	0,0181	0,0091	0,0091	173,5700	1686515,3934	1682352,0463
3	0,0084	0,0181	0,0086	0,0086	214,4100	1860516,4234	1861455,5012
4	0,0082	0,0182	0,0094	0,0094	177,0600	1784618,1799	1784938,6480
5	0,0085	0,0182	0,0093	0,0093	168,2000	1614385,0771	1610376,0047
6	0,0082	0,0181	0,0097	0,0097	164,4400	1777095,0657	1776101,6789
7	0,0084	0,0182	0,0089	0,0089	205,5400	1850737,7000	1849471,4818
8	0,0083	0,0181	0,0093	0,0093	182,1700	1801993,1184	1796523,2883
9	0,0083	0,0181	0,0091	0,0091	193,7200	1863837,8991	1860231,5725
10	0,0083	0,0183	0,0098	0,0098	164,1700	1729188,5740	1724730,0859
11	0,0084	0,0181	0,0092	0,0092	182,1700	1752976,2617	1757327,9524
12	0,0083	0,0181	0,0091	0,0090	207,1600	1959786,4740	1951590,5835
13	0,0082	0,0182	0,0096	0,0095	188,6200	1974270,0986	1960951,3494
14	0,0083	0,0181	0,0092	0,0098	182,7100	1788430,0403	2002268,6940

Tabla 5.52 Resultados ensayo 12 de PETG.

#### Valores promedio y desviaciones:

$K_{IC}$	$1,8149 \pm 0,1028 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$
----------	--

Tabla 5.53 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 12 de PETG.

#### Discusión:

El valor de tenacidad a fractura obtenido es el menos crítico de todos los ensayos realizados a media velocidad. La temperatura a que se ha realizado el ensayo es la misma que la del ensayo 11, no obstante es 5°C mayor a la del ensayo 9 y 10. La dispersión entre valores es pequeña.



### 5.2.8. Discusión ensayos PETG

Observado los resultados obtenidos en los ensayos a baja velocidad de sollicitación de carga, se concluye de nuevo, como ocurre con el PSU, que el femtoláser es el método de agudización de mayor reproducibilidad, pues todas las probetas agudizadas dan un valor de tenacidad a la fractura más crítico y con pocas diferencias entre ellos.

Los métodos tradicionales de agudización (pressing y tapping), de nuevo han producido entallas buenas y entallas malas. Ha sido necesario tener criterio para poder distinguir entre los resultados correctos e incorrectos de los valores obtenidos en los ensayos. Para ello se ha observado de nuevo con lupa óptica la entalla y la superficie de fractura de las probetas. Las diferencias entre probetas bien agudizadas y mal agudizadas son claras y permiten fácilmente determinar los valores correctos. Las distinciones en la superficie de fractura se presentan de la misma forma entre distintos métodos de agudización, pues la morfología que presenta la superficie de fractura tras propagaciones críticas y no críticas depende del material en sí y no del método de agudización que se utilice.

Debe tenerse presente que el gradiente de calidad en la agudización de las probetas oscila en un amplio rango, de manera que las entallas correctas de un método de agudización pueden asemejarse más a una entalla natural que las conseguidas mediante otro método. Por esta razón, tras desestimar las probetas necesarias, en los resultados se observa que el femtoláser sigue dando el valor más crítico de tenacidad a la fractura, seguido del pressing, y ya con menor acierto seguido del tapping.

En los ensayos a media velocidad de carga (9, 10, 11 y 12) los resultados concuerdan con lo esperado. La tenacidad a la fractura obtenida tiene un valor menor a la calculada en los ensayos de baja velocidad. En los ensayos de media velocidad no se han desestimado probetas en la obtención de los resultados finales y las dispersiones obtenidas son pequeñas, pues todos los ensayos presentan buena reproducibilidad.

Utilizando los métodos pressing, sliding y femtoláser se han obtenido los mismos resultados de tenacidad a la fractura con dispersiones pequeñas. Debe tenerse en cuenta que el ensayo agudizado con femtoláser se realizó a una temperatura 5°C superior al resto; este aspecto daría para el femtoláser una tenacidad a la fractura un poco inferior al resto si se hubiera ejecutado en las mismas condiciones. La agudización con tapping se desmarca ligeramente a la alza del resto de métodos tradicionales (pressing y sliding), debido a que el ensayo se realizó a una temperatura 5°C superior a éstos.

Las superficies de fractura observadas con lupa óptica en los ensayos de media velocidad, son muy parecidas a las probetas bien entalladas de bajas velocidades. A continuación se



muestran dos fotografías. Una corresponde a la entalla conseguida presionando la cuchilla y la otra a la entalla deslizando la cuchilla.

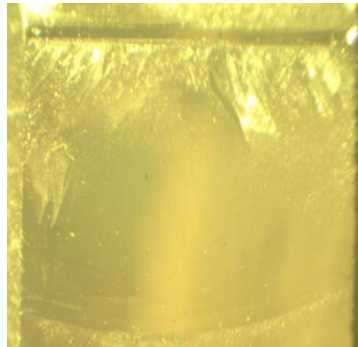


Fig. 5.20 Superficie de fractura de una probeta del ensayo 9.

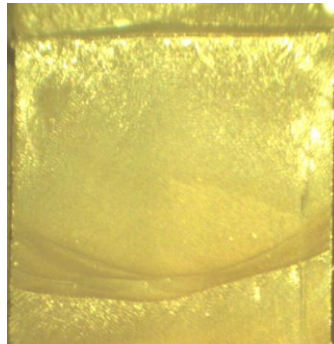


Fig. 5.21 Superficie de fractura de una probeta del ensayo 10.

No se observan diferencias remarcables entre la figura 5.18 y la figura 5.19. La morfología de la superficie de fractura no depende del método de agudización, sino de si la propagación de la fractura ha sido crítica o no.

El PETG ensayado a media velocidad de sollicitación de carga es menos sensible a la agudización del material.



## 5.3. PPS

### 5.3.1. Ensayo 13

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	22 °C
SPAN	51 mm
Método de agudización	Presionando cuchilla de afeitar

Tabla 5.54 Condiciones del ensayo 13 de PPS.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0064	0,0128	0,0058	0,0058	337,4000	4268517,0933	4269502,4126
2	0,0064	0,0127	0,0055	0,0059	317,5000	3902354,5797	4228106,6055
3	0,0064	0,0127	0,0062	0,0061	304,3000	4416545,9375	4301289,3367
4	0,0064	0,0127	0,0058	0,0057	319,9000	4163187,6334	4103994,6773
5	0,0064	0,0128	0,0059	0,0059	311,8000	4021633,9076	4055598,3674
6	0,0064	0,0127	0,0064	0,0065	270,8000	4111080,4669	4182601,2807
7	0,0064	0,0127	0,0059	0,0059	321,9000	4320170,4815	4293647,7284
8	0,0064	0,0128	0,0055	0,0055	378,6000	4433322,2171	4466133,7477
9	0,0064	0,0127	0,0056	0,0057	348,0000	4321303,0532	4358284,0940
10	0,0064	0,0127	0,0061	0,0060	294,6000	4121962,7823	4062753,9444

Tabla 5.55 Resultados ensayo 13 de PPS.

Nº PROBETA	U <sub>q</sub> (mJ)	G <sub>IC 1</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	G <sub>IC 2</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	52,9589	1,8626	1,8630	9,7819	9,7847
2	45,1729	1,5374	1,6336	9,9052	10,9431
3	43,6259	1,7046	1,6726	11,4433	11,0610
4	42,2225	1,4603	1,4447	11,8685	11,6581
5	40,7543	1,4060	1,4148	11,5031	11,6254
6	36,6934	1,5039	1,5221	11,2378	11,4933
7	44,0996	1,5768	1,5697	11,8364	11,7447
8	56,3975	1,7663	1,7766	11,1274	11,2274
9	48,7685	1,6094	1,6199	11,6029	11,7258
10	41,3293	1,5779	1,5614	10,7678	10,5710

Tabla 5.56 Resultados ensayo 13 de PPS.



Nº PROBETA	$C_m$ (mm/N)	$C_{spe}$ (mm/N)	pendiente	$C_Q$ (mm/N)	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
1	0,0001	0,0002	1193,2500	0,0008	11,2282	11,2315
2	0,0001	0,0002	1302,4500	0,0008	12,1997	13,4781
3	0,0001	0,0002	1222,6000	0,0008	13,7964	13,3355
4	0,0001	0,0002	1348,3000	0,0007	13,7441	13,5004
5	0,0001	0,0002	1347,8500	0,0007	13,6026	13,7472
6	0,0001	0,0002	1170,3500	0,0009	13,8020	14,1158
7	0,0001	0,0002	1333,6000	0,0007	14,0718	13,9628
8	0,0001	0,0002	1454,6500	0,0007	13,4617	13,5826
9	0,0001	0,0002	1430,7000	0,0007	14,1458	14,2957
10	0,0001	0,0002	1228,2500	0,0008	13,2452	13,0030

Tabla 5.57 Resultados ensayo 13 de PPS.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$4,2201 \pm 0,1509 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$		
$G_{IC}$	$1,6042 \pm 0,1362 \text{ kJ/m}^2$		
$E / (1-\nu)^2$	$11,1454 \pm 0,6697 \text{ GPa}$	(Calculado a partir de K y G)	
$E / (1-\nu)^2$	$13,3775 \pm 0,8683 \text{ GPa}$	(Calculado a partir de la compliance)	

Tabla 5.58 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 13 de PPS.

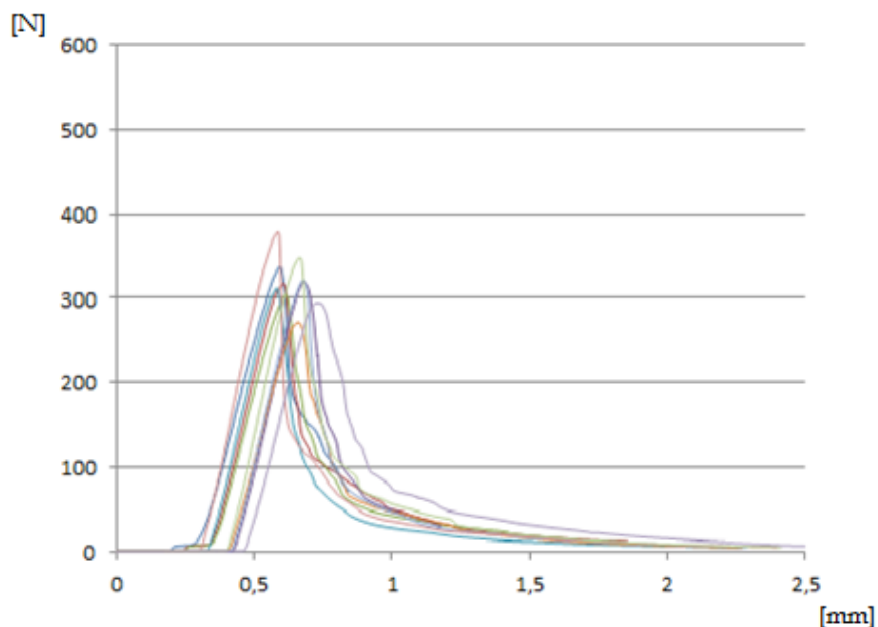
**Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:**

Fig. 5.22 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 13 de PPS.



**Discusión:**

Las probetas ensayadas cumplen los requisitos para aplicar la LEFM, pero no cumplen la restricción del 15% entre los dos valores  $E/(1-\nu)^2$  calculados. Teniendo en cuenta lo sucedido en los ensayos de los materiales anteriores se ha realizado una observación con lupa óptica para buscar diferencias en la entalla y la superficie de fractura de las distintas probetas.

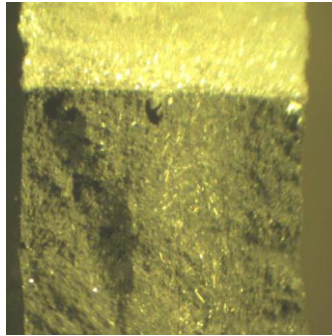


Fig. 5.23 Superficie de fractura de una probeta de PPS.

No se observan distinciones representativas entre probetas. En todos los casos, la superficie de fractura presenta relieves irregulares a causa de la presencia de fibras. Se observa la discontinuidad entre la superficie tratada para prentallar la probeta y la superficie de fractura, sin embargo no se observa la discontinuidad de la entalla.

Cabe señalar que a pesar de no cumplir las restricciones del protocolo de aplicación la dispersión entre valores es pequeña.

**5.3.2. Ensayo 14****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	26,4 °C
SPAN	51 mm
Método de agudización	Tapping

Tabla 5.59 Condiciones del ensayo 14 de PPS.





Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0064	0,0128	0,0061	0,0061	326,3000	4516900,1007	4477891,1612
2	0,0064	0,0128	0,0063	0,0064	328,8000	4825414,9992	4834991,6380
3	0,0064	0,0128	0,0064	0,0065	307,3000	4606925,2869	4648787,9408
4	0,0064	0,0127	0,0065	0,0066	303,0000	4742587,2266	4774339,3903
5	0,0064	0,0128	0,0068	0,0068	270,6000	4339260,5200	4385906,5716
7	0,0064	0,0127	0,0067	0,0068	287,8000	4785413,6891	4810927,0861
8	0,0064	0,0127	0,0061	0,0061	325,1000	4578665,0084	4613376,3247
9	0,0064	0,0128	0,0065	0,0065	285,3000	4314505,0821	4340761,0383
10	0,0064	0,0128	0,0066	0,0065	274,3000	4162574,7407	4133296,6787
11	0,0064	0,0128	0,0068	0,0069	255,5000	4257275,1099	4312000,9995

Tabla 5.60 Resultados ensayo 14 de PPS.

Nº PROBETA	Uq (mJ)	G <sub>IC 1</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	G <sub>IC 2</sub> (kJ m <sup>-2</sup> )	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	50,9558	1,4198	1,4110	14,3695	14,2110
2	55,2951	1,6873	1,6897	13,7999	13,8354
3	47,9629	1,4779	1,4873	14,3608	14,5308
4	43,6852	1,3249	1,3311	16,9760	17,1247
5	40,2410	1,3641	1,3741	13,8038	13,9993
7	45,7469	1,5953	1,6011	14,3549	14,4558
8	49,7641	1,3884	1,3960	15,0990	15,2459
9	43,5856	1,3963	1,4022	13,3315	13,4374
10	39,3723	1,2464	1,2403	13,9013	13,7739
11	39,7637	1,4660	1,4788	12,3631	12,5730

Tabla 5.61 Resultados ensayo 14 de PPS.

Nº PROBETA	C <sub>m</sub> (mm/N)	C <sub>spe</sub> (mm/N)	C <sub>Q</sub> (mm/N)	E <sub>1</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)	E <sub>2</sub> / (1-ν) <sup>2</sup> (GPa)
1	0,0002	0,0003	0,0007	23,8232	23,5603
2	0,0002	0,0003	0,0008	22,7693	22,8278
3	0,0002	0,0003	0,0008	21,4198	21,6733
4	0,0002	0,0003	0,0008	23,8207	24,0295
5	0,0002	0,0003	0,0009	19,2591	19,5319
7	0,0002	0,0003	0,0009	22,6087	22,7675
8	0,0002	0,0003	0,0008	22,3862	22,6040
9	0,0002	0,0003	0,0008	21,8507	22,0242
10	0,0002	0,0003	0,0008	20,9157	20,7240
11	0,0002	0,0003	0,0009	19,1717	19,4972

Tabla 5.62 Resultados ensayo 14 de PPS.



**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$4,5231 \pm 0,2310$	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
$G_{IC}$	$1,4890 \pm 0,1259$	$\text{kJ/m}^2$	
$E/(1-\nu)^2$	$14,2774 \pm 1,1791$	$\text{GPa}$	(Calculado a partir de K y G)
$E/(1-\nu)^2$	$21,8632 \pm 1,5679$	$\text{GPa}$	(Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.63 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 14 de PPS.

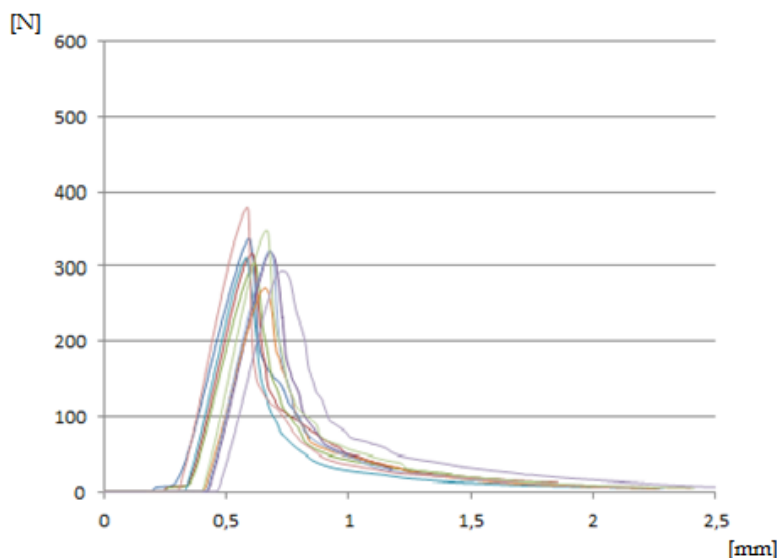
**Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:**

Fig. 5.24 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 13 de PPS.

**Discusión:**

El valor promedio de tenacidad a la fractura es parecido al obtenido en el ensayo anterior (13), pues el ensayo 14 se ha realizado a una temperatura 4°C superior. No se observan diferencias en las superficies de fractura y entallas observadas respecto al ensayo anterior. La dispersión de resultados en este ensayo es mayor.

**5.3.3. Ensayo 15****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 mm/min
Temperatura	26,2 °C
SPAN	51 mm



Método de agudización

Femtoláser

Tabla 5.64 Condiciones del ensayo 15 de PPS.

**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
2	0,0063	0,0126	0,0062	0,0062	310,2000	4592232,0584	4612872,0324
3	0,0063	0,0128	0,0064	0,0064	315,1000	4633498,7794	4661065,0273
4	0,0064	0,0128	0,0064	0,0064	317,4000	4681066,1386	4677582,6064
5	0,0064	0,0128	0,0064	0,0064	288,9000	4263421,5089	4273015,7382
7	0,0064	0,0128	0,0064	0,0064	297,4000	4309653,0526	4319244,4135
8	0,0064	0,0126	0,0066	0,0066	287,2000	4609989,9816	4588519,3446

Tabla 5.65 Resultados ensayo 15 de PPS.

Nº PROBETA	Uq (mJ)	$G_{IC1}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$G_{IC2}$ (kJ m <sup>-2</sup> )	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
2	50,3954	2,0068	2,0132	10,5083	10,5694
3	55,2657	2,2315	2,2408	9,6212	9,6954
4	50,6759	1,9876	1,9866	11,0243	11,0136
5	42,4972	1,6688	1,6714	10,8920	10,9239
7	44,8902	1,7399	1,7426	10,6751	10,7059
8	54,1233	2,4118	2,4040	8,8118	8,7581

Tabla 5.66 Resultados ensayo 15 de PPS.

Nº PROBETA	$C_m$ (mm/N)	$C_{spe}$ (mm/N)	$C_Q$ (mm/N)	$E_1 / (1-\nu)^2$ (GPa)	$E_2 / (1-\nu)^2$ (GPa)
2	0,0002	0,0002	0,0009	13,3186	13,3960
3	0,0002	0,0002	0,0009	13,3313	13,4341
4	0,0002	0,0002	0,0008	14,1252	14,1115
5	0,0002	0,0002	0,0008	14,3000	14,3418
7	0,0002	0,0002	0,0008	14,7853	14,8280
8	0,0002	0,0002	0,0009	14,7695	14,6795

Tabla 5.67 Resultados ensayo 15 de PPS.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	4,5185 ± 0,1710 MPa·m <sup>1/2</sup>
$G_{IC}$	2,0088 ± 0,2689 kJ/m <sup>2</sup>
$E / (1-\nu)^2$	10,2666 ± 0,8312 GPa (Calculado a partir de K y G)
$E / (1-\nu)^2$	14,1184 ± 0,6045 GPa (Calculado a partir de la compliance)

Tabla 5.68 Promedio y desviación de los parámetros de fractura del ensayo 15 de PPS.



### Gráfica carga-desplazamiento de las probetas ensayadas:

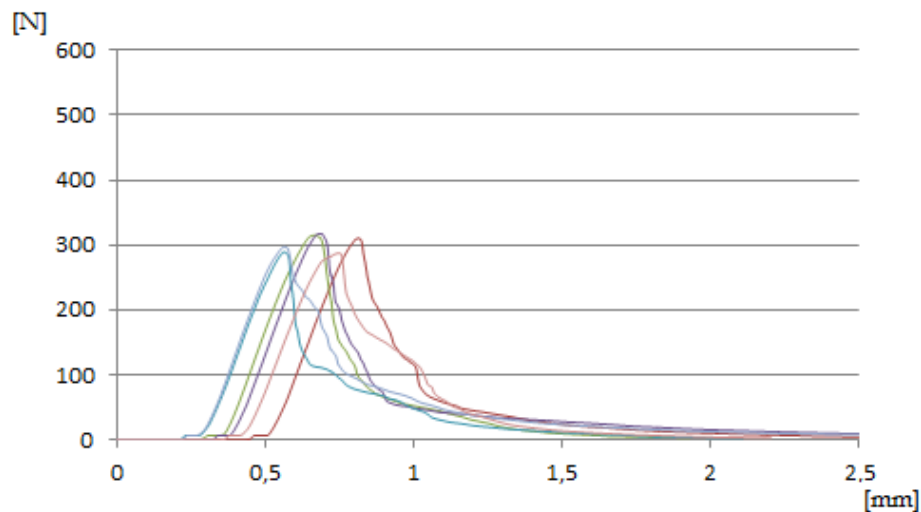


Fig. 5.25 Gráfica carga-desplazamiento ensayo 13 de PPS.

### Discusión:

El valor promedio de tenacidad a la fractura es prácticamente igual al obtenido en el ensayo 14. Tras observar las muestras con lupa óptica se ha observado que las probetas número 1 y 6 presentaban la discontinuidad (punto de agudización) torcida. Tras evaluar sus resultados se ha visto que los valores obtenidos en ambas muestras eran mayores al resto. Se han descartado por este motivo en la exposición de datos. La dispersión de resultados es pequeña.

### 5.3.4. Ensayo 16

#### Condiciones del ensayo:

Velocidad	1 m/s
Temperatura	20 °C
SPAN	51,91 mm
Método de agudización	Presionando cuchilla de afeitar

Tabla 5.69 Condiciones del ensayo 16 de PPS.

#### Tabla de valores obtenidos:

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	$K_{IC1}$ (N m <sup>3/2</sup> )	$K_{IC2}$ (N m <sup>3/2</sup> )
3	0,0064	0,0127	0,0065	0,0065	323,2300	4989947,1523	4954441,9972



4	0,0063	0,0127	0,0062	0,0061	411,3600	5892970,5638	5752875,3010
5	0,0063	0,0128	0,0064	0,0064	326,4500	4889275,3431	4880737,3437
6	0,0063	0,0127	0,0064	0,0062	336,3900	5038371,3222	4849928,2770
7	0,0064	0,0127	0,0063	0,0064	368,1000	5431577,3201	5505207,8006
8	0,0064	0,0128	0,0062	0,0061	375,3500	5182392,1169	5103576,1712
9	0,0063	0,0127	0,0064	0,0063	356,8100	5393249,5738	5282474,4100
10	0,0064	0,0127	0,0064	0,0063	347,9500	5327494,3320	5189763,5031
11	0,0064	0,0128	0,0065	0,0065	335,3200	5148144,6305	5102750,7337
12	0,0064	0,0127	0,0064	0,0064	373,2000	5635343,2546	5616946,8370
13	0,0064	0,0127	0,0064	0,0064	378,3100	5658641,6902	5667149,5780
14	0,0064	0,0128	0,0063	0,0064	398,7300	5605591,7567	5744162,3882
15	0,0063	0,0126	0,0064	0,0064	342,3100	5254892,0411	5292371,4210
16	0,0064	0,0128	0,0062	0,0062	364,6100	5064065,3016	5089831,0409
17	0,0065	0,0128	0,0062	0,0062	332,3600	4526666,9317	4527753,2881
18	0,0063	0,0126	0,0064	0,0064	365,1400	5706593,5531	5665906,9629
19	0,0064	0,0128	0,0064	0,0065	352,2500	5163885,8760	5241639,6516
20	0,0064	0,0128	0,0064	0,0063	344,7200	5081592,7186	4942216,7219

Tabla 5.70 Resultados ensayo 16 de PPS.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$5,2611 \pm 0,334 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$
----------	---

Tabla 5.71 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 16 de PPS.

**Discusión:**

El valor de tenacidad a fractura obtenido es superior al de los ensayos realizados a baja velocidad. No se considera un resultado satisfactorio.

**5.3.5. Ensayo 17****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 m/s
Temperatura	26 °C
SPAN	50,00 mm
Método de agudización	Femtoláser

Tabla 5.72 Condiciones del ensayo 17 de PPS.



**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0063	0,0126	0,0063	0,0063	324,3000	4846070,1022	4838753,7205
2	0,0064	0,0126	0,0062	0,0062	327,5300	4726837,8448	4723314,9287
3	0,0064	0,0126	0,0063	0,0063	333,1700	4936064,1700	4928596,4555
4	0,0063	0,0127	0,0065	0,0065	342,5700	5202757,8694	5206722,1321
5	0,0063	0,0126	0,0060	0,0060	358,4300	5030479,1004	5025568,7140
6	0,0064	0,0128	0,0065	0,0065	310,6000	4647648,3632	4645305,3946
7	0,0063	0,0126	0,0063	0,0063	322,4200	4796456,4364	4807343,4427
8	0,0063	0,0126	0,0062	0,0062	339,8900	5057013,6494	5035523,0598
9	0,0063	0,0127	0,0063	0,0063	343,1100	5048266,2921	5041953,8667
10	0,0063	0,0126	0,0063	0,0063	331,0200	5024143,1154	5026688,3455

Tabla 5.73 Resultados ensayo 17 de PPS.

**Valores promedio y desviaciones:**

K <sub>IC</sub>	4,9298 ± 0,1678 MPa·m <sup>1/2</sup>
-----------------	--------------------------------------

Tabla 5.74 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 11 de PPS.

**Discusión:**

El valor de tenacidad a fractura obtenido es superior al de los ensayos realizados a baja velocidad. No se considera un resultado satisfactorio.

**5.3.6. Ensayo 18****Condiciones del ensayo:**

Velocidad	1 m/s
Temperatura	26 °C
SPAN	50,00 mm
Método de agudización	Tapping

Tabla 5.75 Condiciones del ensayo 18 de PPS.

**Tabla de valores obtenidos:**

Nº PROBETA	B (m)	W (m)	a1 (m)	a2 (m)	Pmax (N)	K <sub>IC1</sub> (N m <sup>3/2</sup> )	K <sub>IC2</sub> (N m <sup>3/2</sup> )
1	0,0064	0,0128	0,0065	0,0065	309,2600	4484313,9581	4482082,0857
2	0,0064	0,0128	0,0065	0,0064	303,0800	4465592,0667	4443329,1141
3	0,0064	0,0127	0,0073	0,0073	254,4500	4697946,4075	4683294,8331
4	0,0064	0,0128	0,0068	0,0068	303,0800	4847096,4824	4840745,6078



5	0,0064	0,0128	0,0071	0,0071	266,5400	4590297,9174	4581568,5387
6	0,0064	0,0128	0,0067	0,0067	329,6800	5156357,5377	5145714,0223
7	0,0061	0,0124	0,0065	0,0065	331,2900	5611289,9654	5594893,8124
8	0,0063	0,0128	0,0068	0,0068	305,7600	4917607,0754	4921472,0715
9	0,0063	0,0127	0,0064	0,0064	339,3500	5071249,4547	5061066,4515
10	0,0064	0,0127	0,0065	0,0065	317,0500	4872383,3830	4840062,0634
11	0,0063	0,0127	0,0064	0,0064	349,8300	5186634,0991	5189228,2936

Tabla 5.76 Resultados ensayo 18 de PPS.

**Valores promedio y desviaciones:**

$K_{IC}$	$4,8947 \pm 0,3364 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
----------	--

Tabla 5.77 Promedio y desviación de tenacidad a fractura del ensayo 18 de PPS.

**Discusión:**

El valor de tenacidad a fractura obtenido es superior al de los ensayos realizados a baja velocidad. No se considera un resultado satisfactorio.

**5.3.7. Discusión ensayos PPS**

Los resultados obtenidos en los ensayos a baja velocidad difieren poco entre sí. Debe tenerse en cuenta que los ensayos 14 y 15 dan valores de tenacidad a fractura ligeramente mayores, pero éstos se han realizado a temperaturas superiores en 4°C. La dispersión de los resultados es coherente, pues es del mismo orden a la obtenida en los ensayos de los dos materiales restantes una vez tratadas las probetas bien entalladas. Es importante resaltar que con lupa óptica no se observa la entalla de las probetas. En este caso podría deducirse una inexistencia de entalla debido a la presencia de fibras. Sin embargo, las dispersiones obtenidas son relativamente pequeñas, y el femtoláser debe permitir entallar las probetas con fibras. Al congeniar los resultados de los tres ensayos, se concluye la existencia de entalla aunque esta debería verificarse con microscopía electrónica de barrido.

Puede afirmarse reproducibilidad entre los distintos métodos de agudización utilizados para este material. Sin embargo la metodología de cálculo aplicada no es correcta para este material con fibra de vidrio como carga, puesto que no se cumple la restricción del 15%.

En los ensayos a media velocidad de aplicación de carga, se observa que agudizando con femtoláser se ha conseguido la mayor reproducibilidad de valores entre los métodos de agudización utilizados, puesto que el femtoláser ha dado una dispersión de valores menor.



Ningún ensayo realizado a alta velocidad ha dado valores coherentes puesto que los valores de tenacidad a fractura obtenidos son mayores a los calculados en los ensayos de baja velocidad.

La normativa de aplicación no es válida para el PPS con fibra de vidrio. Los materiales con cargas no reaccionan en su fracturación como los materiales sin cargas.





## 6. IMPACTO AMBIENTAL Y COSTE

En este capítulo se determina el impacto medioambiental y el coste de este proyecto.

### 6.1. Impacto ambiental

La partida de principal efecto al medio ambiente en este proyecto de investigación corresponde al gasto energético que se ha realizado en la ejecución de los ensayos experimentales. A continuación se muestra una tabla dónde se ha tenido en cuenta el gasto energético producido por la maquinaria utilizada.

Máquina	Potencia (kW)	tiempo de funcionamiento (h)	Consumo (kWh)
Deshumidificador PIOVAN	6,80	4,00	27,20
Inyectora Meteor 440/90	33,60	3,00	100,80
Fresa circular	0,55	8,00	4,40
Galbadini Sun 2500	0,01	7,00	0,10
Ordenador	0,17	800,00	136,00
<b>Total</b>			<b>268,50</b>

Tabla 6.1 Consumo maquinaria utilizada.

Haciendo uso de la equivalencia  $1 \text{ kWh} = 0,264 \text{ kg CO}_2$  se obtiene una emisión de  $70,88 \text{ kg de CO}_2$

Otra partida importante es el  $\text{CO}_2$  emitido en el transporte. El recorrido es entre Monistrol de Montserrat y Terrassa. El desplazamiento se ha realizado en coche. En los siguientes cálculos se han tenido en cuenta las siguientes equivalencias.

El coche gasta  $2,98 \text{ MJ/km}$

$40 \text{ MJ} = 1 \text{ Litro de gasolina} = 0,88 \text{ kg CO}_2$

Transporte	km	MJ	Litros gasolina	kg $\text{CO}_2$
Coche	4550,0	13559,0	339,0	298,3

Tabla 6.2 Emisión de  $\text{CO}_2$  debido al transporte.



La emisión total de CO<sub>2</sub> teniendo en cuenta la movilidad y la maquinaria utilizada es de **566,8 kg de CO<sub>2</sub>**.

## 6.2. Coste del proyecto

A continuación se muestra una tabla dónde se incluyen los costes unitarios totales de cada máquina.

Máquina	Coste unitario	Número de unidades	Coste total (€)
Deshumidificador	40€/h	4	160
Inyección	180€/h	11	1980
Ensayo Flexión	240€/10 primeras muestras	1	240
	150€/10 muestras siguientes	7	1050
Impacto instrumentado pendular	280€/10 primeras muestras	1	280
	180€/10 muestras siguientes	7	1260
<b>Total</b>			<b>4970</b>

6.3 Tabla de costes de las máquinas utilizadas.

Otros costes atribuibles:

Material	coste unitario	Número de unidades	Coste total (€)
PSU	6 €/kg	4 kg	24
PETG	4 €/kg	5 kg	20
PPS	5 €/kg	4 kg	20
Entallar con femtoláser	15,44 €/unidad	34	525
<b>Total</b>			<b>589</b>

6.4 Tabla de costes.

Sumando las dos partidas anteriores del proyecto, el coste estimado total es de **5559 €**



## Conclusiones

La entalla de una probeta es un factor muy crítico en la realización de ensayos de mecánica a la fractura.

Los métodos tradicionales de agudización (sliding, pressing y tapping) son difíciles de realizarse con la misma precisión en diferentes muestras. Estos métodos requieren experiencia en su aplicación y criterio para determinar qué resultados de los obtenidos son correctos.

El protocolo de aplicación no permite la distinción entre determinados valores correctos y erróneos.

La agudización utilizando la técnica del femtoláser produce una grieta más natural y reproducible en diferentes probetas que los métodos tradicionales.

La observación de las entallas y la superficie de fractura mediante lupa óptica permite distinguir entre resultados óptimos y no óptimos en los materiales sin fibras estudiados.

El PPS con fibra de vidrio no permite la aplicación de la ISO puesto que no cumple el protocolo en ningún caso.





## Agradecimientos

Dar las gracias en primer lugar a mis padres por todo el apoyo incondicional que me han dado siempre, por su dedicación y esfuerzos en mí tan importantes para haber llegado hoy hasta aquí. Gracias a mi pareja Sara por aguantarme en los momentos difíciles.

Quiero agradecer al Dr. Antonio Martínez, director de este proyecto, por permitirme formar parte en los estudios de investigación que se realizan en el Centre Català del Plàstic con este proyecto de final de carrera. Por dedicarme su tiempo y por todas sus explicaciones y consejos sin los cuales no hubiera podido realizar este estudio.

Gracias a todos los miembros del Centre Català del Plàstic que siempre han estado dispuestos a ayudarme cuando lo he necesitado, especialmente a Dr. David Arencón y a Dr. Edgar Franco.

Gracias a Noel León por toda la ayuda y dedicación que me ha ofrecido en la realización de los ensayos experimentales realizados en este proyecto.





## Bibliografía

### Referencias bibliográficas

1. Salazar, A., et al., *The role of notching damage on the fracture parameters of ethylene-propylene block copolymers*. Polymer Testing, 2010. **29**(7): p. 824-831.
2. Salazar, A., et al., *Relevance of the femtolaser notch sharpening to the fracture of ethylene-propylene block copolymers*. European Polymer Journal, 2010. **46**(9): p. 1896-1907.
3. Salazar, A., et al., *Influence of the notch sharpening technique on the fracture toughness of bulk ethylene-propylene block copolymers*. Polymer Testing, 2010. **29**(1): p. 49-59.
4. Martínez, A.B., et al., *Influence of femtolaser notch sharpening technique in the determination of essential work of fracture (EWF) parameters*. Engineering Fracture Mechanics, 2009. **76**(9): p. 1247-1254.
5. Griffith, A.A., *The phenomena of rupture and flow in solids*. Philos Trans Roy Soc Lond, Ser A, 1921: p. 163-198.
6. Irwin, G.R., *Plastic zone near a crack and fracture toughness*. Proc. 7th Sagamore Conf., 1960: p. 40-63.
7. Williams, J.G., *K<sub>c</sub> and G<sub>c</sub> at slow speeds for polymers*, in *European Structural Integrity Society*, A.P. D.R. Moore and J.G. Williams, Editors. 2001, Elsevier. p. 11-26.
8. Broek, D., *Elementary engineering fracture mechanics*. Martinus Nijhoff Publishers, 1987: p. 208-217.
9. Westergaard, H.M., *Bearing pressures and cracks*. J. Appl. Mech, 1939. **61**: p. 49-53.
10. Williams, J.G., *Introduction to linear elastic fracture mechanics*, in *European Structural Integrity Society*, A.P. D.R. Moore and J.G. Williams, Editors. 2001, Elsevier. p. 3-10.
11. D.Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Martinus Nijhoff Publishers, 1987: p. 136-140.
12. A.B. Martinez; et al, *Efecto de la agudización de la entalla por femtoláser en el trabajo esencial de fractura*. Anales de Mecánica de la Fractura 26, 2009. **2**.
13. Características PSU UDEL P-1700  
<http://www.matweb.com/search/datasheettext.aspx?matguid=9b43d422b086483aa934660adb464106> (17-06-2012).



14. Características PPS Ryton 7-120 con 40% de fibra de vidrio: [http://www.boedeker.com/ryton\\_p.htm](http://www.boedeker.com/ryton_p.htm) (17-06-2012).
15. Brydson, J.A., 25 - *Polyesters*, in *Plastics Materials (Seventh Edition)*. 1999, Butterworth-Heinemann: Oxford. p. 694-743.
16. Michaeli W., e.a., *Technologie der Kunststoffe*. Hanser editorial, S.L.: p. 90-100.
17. Plastics, G., *mini-guia De Moldeo por Inyección*.
18. URRACA, J.L.A., *Inyección de termoplásticos*. Plastics Comunicacion, 1999: p. 113-114.
19. al, A.B.M.e., *Técnicas de impacto de materiales plásticos y compuestos*. UPC. 1: p. 39.

